

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO  
CENTRO UNIVERSITÁRIO NORTE DO ESPÍRITO SANTO  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGRICULTURA TROPICAL**

**IVNE FRANCO PIRES**

**ATRIBUTOS DO SOLO E NUTRIENTES EM FOLHAS  
DE CAFÉ CONILON NO TABULEIRO COSTEIRO DO  
ESPÍRITO SANTO**

**São Mateus – ES  
Março de 2019**

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO  
CENTRO UNIVERSITÁRIO NORTE DO ESPÍRITO SANTO  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGRICULTURA TROPICAL**

**ATRIBUTOS DE SOLO E NUTRIENTES EM FOLHAS  
DE CAFÉ CONILON NO TABULEIRO COSTEIRO DO  
ESPÍRITO SANTO**

**IVNE FRANCO PIRES**

Dissertação apresentada à Universidade Federal do Espírito Santo, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Agricultura Tropical, para obtenção do título de Mestre em Agricultura Tropical.

**Orientador: Prof. Dr. Ademir Fontana**

**São Mateus – ES  
Março de 2019**

Ivne Franco Pires

**ATRIBUTOS DO SOLO E NUTRIENTES EM FOLHAS DE CAFÉ  
CONILON NO TABULEIRO COSTEIRO DO ESPÍRITO SANTO**

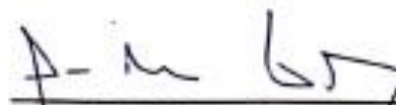
Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Agricultura Tropical da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Agricultura Tropical.

Aprovada em 21 de março de 2019.

**COMISSÃO EXAMINADORA**



Prof. Dr. Ademir Fontana  
Embrapa Solos  
Orientador



Pesq. Dr. Wenceslau Geraides Teixeira  
Embrapa Solos



Pesq. Dr. Henrique de Sá Paye  
Incapar

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a Deus por me conceder uma vida com saúde e estar próxima de pessoas queridas.

Agradeço aos meus pais, Dinalva Franco da Silva e David Pires pela confiança, suporte e amor incondicional.

Agradeço à minha irmã Suellem e sobrinhos Henrique e Amanda pelo carinho e compreensão nos momentos de minha ausência.

Agradeço a todos amigos e colegas que estavam comigo durante a realização do mestrado, pela convivência e amizade, especialmente Alex Campanharo, Jéssica Dalazen e Juan Ricardo pelo auxílio na execução desta pesquisa, vocês foram essenciais.

Agradeço ao Higor Moreira e seus familiares pelo apoio, carinho e compreensão durante esta jornada.

Agradeço ao orientador Dr. Ademir Fontana pela orientação e por ter sido sempre presente, muito prestativo e atencioso no decorrer do curso de mestrado, contribuindo muito para minha formação profissional.

Agradeço ao Prof. Dr. Fábio Luiz Partelli pela coorientação durante todo o planejamento, execução e escrita desta pesquisa científica.

Agradeço aos funcionários da Fazenda Experimental Alex e Fabrício pelo suporte e auxílio no desenvolvimento das atividades, disponibilizando tempo, transporte e materiais necessários.

Agradeço a todos os cafeicultores da região pela confiança e por nos receber tão bem em suas propriedades, compartilhando experiências e disponibilizando material para a pesquisa.

Agradeço a empresa Embrapa Solos, no Rio de Janeiro e funcionários, em especial o Prof. Dr Wenceslau Teixeira pelo suporte e auxílio na execução das análises laboratoriais.

Agradeço à Universidade Federal do Espírito Santo por conceder infraestrutura e equipamentos para o desenvolvimento do trabalho, além de funcionários bem preparados e atenciosos.

Agradeço a CAPES pela concessão da bolsa, fator crucial para minha permanência no CEUNES/UFES.

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
<b>2. REVISÃO DE LITERATURA.....</b>	<b>3</b>
2.1 Tabuleiros Costeiros .....	3
2.2 Café Conilon: aspectos gerais e nutricionais.....	7
2.3 Espectrometria de fluorescência de raios X .....	9
<b>3. CAPÍTULOS .....</b>	<b>12</b>
3.1 Atributos físicos e químicos do solo e nutrientes em folhas de café Conilon no Tabuleiro Costeiro do Norte do Espírito Santo. ....	13
Resumo .....	13
Abstract.....	14
Introdução.....	15
Material e Métodos .....	16
Resultados e Discussão .....	21
Conclusões .....	31
Referências Bibliográficas .....	32
3.2 Análise química do solo e folhas de café Conilon por espectrometria de fluorescência raios X. ....	36
Resumo .....	36
Abstract.....	37
Introdução.....	38
Material e Métodos .....	39

Resultados e Discussão .....	42
Conclusão.....	47
Referências Bibliográficas .....	47
<b>4. CONCLUSÕES GERAIS.....</b>	<b>49</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>50</b>

## RESUMO

PIRES, Ivne Franco; M.Sc.; Universidade Federal do Espírito Santo; Março de 2019; **Atributos de solo e nutrição do café Conilon no Tabuleiro Costeiro do Espírito Santo**; Orientador: Ademir Fontana, Coorientador: Fábio Luiz Partelli.

A cafeicultura é uma das atividades de expressiva rentabilidade no Espírito Santo e com ampla ocupação dos Tabuleiros Costeiros, cuja unidade geomorfológica contempla solos com baixos teores de nutrientes e horizontes subsuperficiais coesos. Diante do exposto, objetivou-se com este trabalho fornecer um diagnóstico sobre os atributos físicos e químicos do solo e estado nutricional das folhas do cafeeiro Conilon em Latossolos e Argissolos Amarelos em ambientes de Tabuleiros Costeiros da região Norte do Espírito Santo, relacionando os métodos de análise de solo e folhas com técnicas não destrutivas como a espectrometria de fluorescência de raios X. As amostras foram coletadas nos municípios de São Mateus, Jaguaré, Boa Esperança, Pinheiros, Conceição da Barra e Montanha. Foram realizadas análises físicas dos solos para a determinação da composição granulométrica, densidade do solo, densidade de partículas e porosidade total. Nas análises químicas do solo, determinou-se a acidez ativa ( $\text{Al}^{3+}$ ),  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ , acidez potencial ( $\text{H}+\text{Al}$ ), SB, V, CTC, pH em água, fósforo Mehlich-1, carbono orgânico, matéria orgânica, nitrogênio e os micronutrientes ( $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ). Nas folhas determinou-se os macronutrientes e micronutrientes. Realizou-se a diagnose da fertilidade do solo e



nutrição das folhas identificando-se os elementos deficitários, comparando-os com lavouras cafeeiras de referência em estudos realizados no Estado do Espírito Santo. Também foram feitas análises químicas das folhas e do solo por técnica não destrutiva baseada na espectrometria de fluorescência de raios X, com equipamento portátil, utilizando-se dois métodos de calibração vindos de fábrica: “Soil” e “Geochem”. Relacionou-se os métodos de análises de folhas por correlação linear de Pearson e teste t de Student. Quanto aos atributos físicos do solo, a maioria das lavouras apresenta densidade de 1,43 g cm<sup>-3</sup> e textura franco-argiloarenosa. Quanto às análises químicas de rotina, os valores de MO, K, Ca, Mg, Fe, Al e (H+Al) foram classificados com baixos níveis no solo, o P em excesso e os demais atributos em níveis médios. Nas análises foliares os teores de N, P, K, Mg, Cu, Fe e Zn foram classificados como níveis baixos nas plantas, o Ca apresenta altos teores, apenas o teor de Mn está em nível adequado. Não há tendência de aumento dos teores dos nutrientes nas folhas com o aumento dos mesmos no solo, indicando que não há uma relação direta. Quando comparados com lavouras de referência, a maioria dos elementos do solo, com exceção do P, Ca e Zn encontra-se em níveis inferiores e todos os elementos das folhas encontram-se em níveis inferiores, com destaque para o Fe e Mn. Quanto às análises por espectrometria de fluorescência de raios X, os valores dos nutrientes do solo encontrados na análise por pXRF foram subestimados quando comparados aos valores certificados, todos apresentando baixas taxas de recuperação. Na análise de folhas, os métodos de calibração apresentam valores superestimados em relação aos valores obtidos pela análise química de rotina, a menor diferença foi para o K no método “Soil” e maior para o P no “Geochem”, onde o modo “Soil” apresenta valores mais próximos ao método tradicional. Há diferença estatística entre o método de análise de folhas convencional e os métodos por fluorescência de raios X pelo teste t a 5% de probabilidade e as correlações entre os teores dos nutrientes nos métodos utilizados são significativas, indicando o potencial de uso da ferramenta.

**Palavras-chave:** Cafeicultura, técnicas de análise, fertilidade do solo, nutrição de plantas.

## ABSTRACT

PIRES, Ivne Franco; M.Sc.; Universidade Federal do Espírito Santo; March 2019; **Attributes of soil and nutrients in Conilon coffee leaves on the Espírito Santo Coastal Tableland**; Advisor: Ademir Fontana, Co-advisor: Fábio Luiz Partelli.

Coffee cultivation is one of the activities of great profitability in Espírito Santo and with extensive occupation of the Coastal Tablelands, whose geomorphological unit includes soils with low levels of nutrients and cohesive subsurface horizons. In view of the above, the objective of this work was to provide a diagnosis of the physical and chemical attributes of the soil and nutritional status of the leaves of the Conilon coffee tree in Oxisols and Yellow Argisols in Coastal Trap environments of the northern region of Espírito Santo, relating the methods of soil and leaf analysis with non-destructive techniques such as X-ray fluorescence spectrometry. The samples were collected in the municipalities of São Mateus, Jaguaré, Boa Esperança, Pinheiros, Conceição da Barra and Montanha. Soil physical analyzes were performed to determine the grain size composition, soil density, particle density and total porosity. In the soil chemical analyzes the active acidity ( $\text{Al}^{3+}$ ),  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ , potential acidity ( $\text{H}+\text{Al}$ ), SB, V, CTC, pH in water, Mehlich-1 phosphorus, organic carbon, organic matter, nitrogen and micronutrients ( $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ). Macronutrients and micronutrients were determined on leaves. The soil fertility and leaf nutrition were diagnosed, identifying the deficit elements, comparing them with reference coffee crops in studies conducted

in the State of Espírito Santo. Leaf and soil chemical analyzes were also performed using a non-destructive technique based on X-ray fluorescence spectrometry using portable equipment, using two calibration methods from the factory: Soil and Geochem. Pearson's linear correlation and Student's t test methods were analyzed. Regarding the physical attributes of the soil, most of the crops present density of  $1.43 \text{ g cm}^{-3}$  and loamy-clayey texture. Regarding routine chemical analyzes, the values of OM, K, Ca, Mg, Fe, Al and (H+Al) were classified with low levels in the soil, excess P and other attributes at medium levels. In the leaf analyzes the N, P, K, Mg, Cu, Fe and Zn levels were classified as low levels in the plants, Ca presents high levels, only the Mn content is at an adequate level. There is no tendency to increase the nutrient content in the leaves with the increase of the same in the soil, indicating that there is no direct relation. When compared to reference crops, most of the soil elements, except for P, Ca and Zn, are at lower levels and all leaf elements are at lower levels, with emphasis on Fe and Mn. As for the X-ray fluorescence spectrometry analyzes, the soil nutrient values found in the pXRF analysis were underestimated when compared to the certified values, all with low recovery rates. In the leaf analysis, the calibration methods presented values that were overestimated in relation to the values obtained by the routine chemical analysis, the smallest difference was for K in the "Soil" method and higher for the P in "Geochem", where Soil "Presents values closer to the traditional method. There is a statistical difference between the conventional leaf analysis method and the X-ray fluorescence methods by the 5% probability t test and the correlations between the nutrient levels in the methods used are significant, indicating the potential use of the tool.

**Keywords:** Coffee cultivation, analysis techniques, soil fertility, plant nutrition.

## 1. INTRODUÇÃO

A agricultura desempenha função de vital importância para o desenvolvimento social e econômico do Brasil. A cafeicultura é uma das atividades de expressiva rentabilidade em alguns Estados, dentre eles, o Espírito Santo, cuja área plantada e produção de café Conilon (*Coffea canephora*), fazem parte das regiões de destaque no cenário nacional (CONAB, 2019).

Os principais produtores de café Conilon do Espírito Santo encontram-se no Norte e Noroeste, região onde ocorrem predominantemente os Tabuleiros Costeiros. Os Tabuleiros Costeiros se distribuem como uma faixa litorânea e parte da faixa sublitorânea em quase toda a costa do Brasil, ocupando a maior área do Estado, cerca de 29% (COELHO et al., 2012). Uma das características desta formação geomorfológica é a presença de solos com baixa fertilidade natural e horizonte subsuperficial coeso que afeta os processos e fenômenos físicos no solo com destaque para drenagem, teor de água disponível, aeração, temperatura, penetração radicular e absorção de nutrientes (OLIVEIRA et al., 2014).

Mesmo com estas limitações agronômicas, devido à topografia propícia à mecanização e também à proximidade de mercados consumidores, o Norte do Espírito Santo busca alcançar e manter níveis satisfatórios de produtividade agrícola. Qualquer interferência de uso e manejo desses solos, no sentido de aumentar a produtividade das culturas, deverá passar necessariamente pela melhoria dos

atributos químicos e físicos do solo (DIAS et al., 2016). Para tanto, é importante caracterizar tais atributos tornando-se possível estabelecer uma relação entre expectativa de produção, qualidade do solo e nutrição da planta, auxiliando na busca de novas tecnologias e planejamentos quanto às formas de manejo solo-planta mais adequados à realidade.

De posse da análise de solo é possível conhecer as características e fertilidade em que o mesmo se encontra, sendo importante para determinar fontes, quantidades e o momento mais propício para a aplicação de corretivos e fertilizantes pelo produtor. A análise de tecido vegetal é uma ferramenta que vem sendo utilizada e aperfeiçoada para a determinação da necessidade de adubação, utilizando-se principalmente as folhas, pois é o local onde ocorre a maior produção de fotossintatos e para onde se dirige a maior quantidade de nutrientes absorvidos pelas plantas (COVRE et al., 2018). Portanto, a correta interpretação destas análises proporciona informações que favorecem o uso racional de insumos e melhoram o equilíbrio do sistema.

Um novo método que vem sendo utilizado para determinar teores totais de elementos químicos em amostras de solos e tecidos vegetais é a técnica de espectrometria de fluorescência de raios X por dispersão de energia, com o uso de um equipamento portátil (pXRF), onde as análises podem ser realizadas em laboratório ou diretamente no campo. Geralmente as análises são feitas de forma rápida, sem destruir a matriz, com baixo custo operacional e mínimo, ou mesmo nenhum, preparo das amostras e sem a produção de resíduos químicos (WEINDORF et al., 2014). O espectrômetro portátil de fluorescência de raios X é uma ferramenta recente, com poucos trabalhos associando-o a estudos relacionados à Ciência do Solo e à Fitotecnia.

Diante do exposto, objetivou-se com este trabalho fornecer um diagnóstico sobre a qualidade e fertilidade do solo e o estado nutricional do cafeeiro Conilon em Latossolos e Argissolos Amarelos em ambientes de Tabuleiros Costeiros da região Norte do Espírito Santo, associando técnicas de análise química de solo e plantas.

## **2. REVISÃO DE LITERATURA**

### **2.1 Tabuleiros Costeiros**

Os tabuleiros costeiros são constituídos por sedimentos terrígenos do Grupo Barreiras, que segundo Bigarella (1975), foram depositados sobre a plataforma continental, quando o nível do mar se situava abaixo do atual. O termo “Barreiras” foi utilizado pela primeira vez em 1902, para indicar as camadas variegadas, que ocorrem na forma tabular e afloram nas diversas barreiras ao longo da costa brasileira (MABESSONE et al., 1972). No Estado do Espírito Santo, o Grupo Barreiras é constituído de arenitos esbranquiçados, amarelados e avermelhados, argilosos, finos e grosseiros, mal selecionados, com intercalações de argilitos vermelhos e variegados (CPRM, 2015).

Os Tabuleiros Costeiros são unidades geomorfológicas que apresentam feição característica de topografia tabular dissecada por vales por vezes profundos, os topos em geral são aplainados e as bordas têm maior declividade caracterizando-se predominantemente por áreas desde o relevo suave ondulado a ondulado, menos comum o forte ondulado, e até encostas retilíneas nas falésias com altitude média de 30-200 m (ARAÚJO, 2000) (Figura 1). Distribuem-se como uma faixa litorânea e parte da faixa sublitorânea em quase toda a costa do Brasil, desde o Rio de Janeiro até o Amapá. Estima-se que, no Brasil, as áreas de Tabuleiros cheguem a 20 milhões de hectares, sendo que, destes, nove a dez milhões encontram-se na região Nordeste

(DIAS et al., 2016). O material mineral componente representa sedimentos continentais coluvio-aluvionar do período Terciário (médio ao inferior).

Apesar de toda sua extensão, os solos de Tabuleiros apresentam similaridade em suas características pedogenéticas (MOREAU et al., 2006), de acordo com Fontana et al. (2016), isso se deve à natureza essencialmente caulinítica e quartzosa dos sedimentos, que, por serem bastante estáveis, não sofreram modificações com os processos de pedogênese posteriores. Esses solos têm várias características herdadas do material de origem como: baixo conteúdo de óxidos de ferro e alumínio, ausência de minerais primários facilmente intemperizáveis, predomínio de caulinita na fração argila e quartzo na fração areia (FONTANA et al., 2016).



**FIGURA 1.** Paisagem representativa dos Tabuleiros Costeiros, ES. Fotos: Ademir Fontana.

As classes de solos com presença proeminente nos Tabuleiros são os Latossolos e Argissolos, ambos Amarelos ou Vermelho-Amarelos e distróficos, oriundos dos materiais pré-intemperizados (FONTANA et al., 2016) (Figura 2). De forma geral, os Argissolos apresentam textura arenosa e média nos horizontes superficiais e textura argilosa nos horizontes subsuperficiais, enquanto que os Latossolos são de textura média e argilosa, nos horizontes superficiais e subsuperficiais, respectivamente, sem apresentar um gradiente textural (FONTANA et al., 2016) (Tabela 1).



**FIGURA 2.** Argissolo Amarelo. Solo representativo dos Tabuleiros Costeiros, ES. Fotos: Ademir Fontana.

Alguns solos de Tabuleiros têm como característica marcante a presença de horizontes subsuperficiais coesos que segundo o SiBCS (SANTOS et al., 2013), apresentam consistência muito dura quando secos, passando a friáveis ou firmes quando úmidos. Estas densas camadas estão situadas geralmente entre profundidades de 0,15-0,30 m e 0,80-0,90 m (SANTANA et al., 2006), refletindo no aumento da densidade do solo. Corrêa et al. (2008) sugeriram que a gênese de horizontes coesos deve-se ao maior conteúdo de argila muito fina ( $<0,2 \mu\text{m}$ ), translocada entre os horizontes, ou dentro do mesmo horizonte, na forma de argila dispersa, e Lima et al. (2010) sugeriram que a gênese do caráter coeso apresenta duas fases distintas, sendo formado inicialmente pelo entupimento dos poros decorrentes da iluviação de argila fina, havendo posteriormente a perda de ferro na parte superior, que colapsa a estrutura e provoca o ajuste face a face da caulinita.

Segundo Oliveira et al. (2014) os horizontes coesos afetam os processos e fenômenos físicos no solo com destaque para fluxo hídrico, aeração, temperatura, penetração radicular e absorção de nutrientes, com reflexos negativos na produção agrícola. Entretanto, devido à topografia propícia à mecanização, à proximidade de mercados consumidores, tais solos são largamente utilizados para a produção agrícola.



**Tabela 1.** Atributos químicos e físicos de Latossolo e Argissolo Amarelos no Tabuleiro Costeiro, ES (SANTOS et al., 2000, 2004).

ARGISSOLO AMARELO Distrófico típico A moderado textura média/argilosa														
Horizonte	Profundidade	Areia grossa		Areia fina		Silte		Argila		Argila dispersa		Densidade (g cm <sup>-3</sup> )		Porosidade
	(cm)	(2-0,2 mm)		(0,2-0,05 mm)		(0,05-0,002 mm)		(< 0,002mm)		em água (g kg <sup>-1</sup> )		Solo	Partículas	(cm³ 100cm <sup>-3</sup> )
A1	0-8	640		100		60		200		140		.	.	.
BA	8-24	620		90		50		240		160		.	.	.
Bt1	24-69	440		100		50		410		0		1,36	2,6	48
Bt2	69-93	430		100		40		430		0		1,18	2,67	56
BC	93-143	420		110		40		430		0		.	.	.
Horizonte	pH (água)	Complexo sortivo (cmol <sub>c</sub> kg <sup>-1</sup> )							V%	P assimilável (mg kg <sup>-1</sup> )	C orgânico (g kg <sup>-1</sup> )	N (g kg <sup>-1</sup> )		
		Ca	Mg	K	Valor S	Al	H	CTC total						
A1	4,5	0,	9	0,12	1,1	1,2	8	10,3	11	2	18,3	1,3		
BA	4,4	0,	3	0,08	0,4	1,1	4	5,5	7	2	9,4	0,8		
Bt1	4,5	0,	2	0,02	0,2	1	2,7	3,9	5	1	4,2	0,4		
Bt2	4,5	0,	2	0,02	0,3	1,2	1,9	3,3	6	1	2,7	0,3		
BC	4,7	0,	1	0,02	0,2	1	1,5	2,6	4	1	1,5	0,3		
LATOSSOLO AMARELO A moderado textura média														
Horizonte	Profundidade	Areia grossa		Areia fina		Silte		Argila		Argila dispersa		Densidade (g cm <sup>-3</sup> )		Porosidade
	(cm)	(2-0,2 mm)		(0,2-0,05 mm)		(0,05-0,002 mm)		(< 0,002mm)		em água (g kg <sup>-1</sup> )		Solo	Partículas	(cm³ 100cm <sup>-3</sup> )
A1p	0-6	43		23		7		20		20		1,54	2,53	39
AB	6-25	43		21		5		17		17		1,65	2,56	36
BA	25-41	41		21		7		26		26		1,77	2,56	31
Bw1	41-72	41		21		6		29		29		1,77	2,6	32
BC	72-111	41		21		7		0		0		1,7	2,6	35
Horizonte	pH (água)	Complexo sortivo (cmol <sub>c</sub> kg <sup>-1</sup> )							V%	P assimilável (mg kg <sup>-1</sup> )	C orgânico (g kg <sup>-1</sup> )	N (g kg <sup>-1</sup> )		
		Ca	Mg	K	Valor S	Al	H	CTC total						
A1p	5,3	2,4	0,3	0,14	2,9	0	1,9	4,8	60	2	1,09	0,11		
AB	5,5	2,3	0,2	0,05	2,6	0	1,5	4,1	63	2	0,91	0,09		
BA	5,9	1,6	0,1	0,05	1,8	0	0,8	2,6	69	2	0,61	0,06		
Bw1	5,2	0,9	0,2	0,06	1,2	0	0,8	2	60	2	0,37	0,04		
BC	4,9	0,9	.	0,05	1	0	0,8	1,8	56	2	0,41	0,04		

## 2.2 Café Conilon: aspectos gerais e nutricionais

Entre as 124 espécies do gênero *Coffea* já descritas (DAVIS et al., 2011), as principais exploradas comercialmente no Brasil são *C. arabica* (café Arábica) e *C. canephora* (café Conilon) correspondente à 2,15 milhões de hectares de área plantada com estas duas espécies, na qual 409,1 mil hectares são de café Conilon, distribuídos principalmente entre os Estados do Espírito Santo, Bahia e Rondônia, onde o Espírito Santo apresenta cerca 256,5 mil hectares em área plantada de café Conilon, cerca 62,4% da área total do Brasil (CONAB, 2019). Sendo assim, o Estado apresenta efetiva participação no cenário produtivo de café Conilon do país, onde as perdas de produção e variações de produtividade ocorridas devido à escassez de chuvas nos últimos anos, refletiram no panorama nacional.

A boa adaptação do café Conilon no Espírito Santo se deve ao fato deste apresentar condições climáticas favoráveis ao cultivo, por tratar-se de plantas ambientadas à locais de baixa altitude, tolerando temperaturas mais elevadas (BUNN et al., 2015). A produtividade em lavouras de café Conilon aumentou para cerca de 100 a 150 sacas por hectare nos últimos anos, principalmente devido ao emprego de tecnologias, com destaque para o uso adequado do manejo do solo e práticas culturais favoráveis, destacando-se as podas, densidade de plantio, irrigação, seleção de genótipos produtivos e mecanização, todas somadas às condições edafoclimáticas favoráveis ao desenvolvimento, frutificação e maturação do cafeeiro (PARTELLI et al., 2014; PARTELLI et al., 2016). Os cultivares passaram a expressar de forma mais efetiva, características como maior resistência à nematoides, pragas e doenças como a ferrugem do café, dentre outras, contribuindo para melhorar a qualidade, elevar a produtividade e a rentabilidade desta atividade agrícola, e consequentemente tornando-as mais exigentes em termos nutricionais (SANTOS et al., 2015).

Há grande carência de informações referentes à nutrição mineral esses novos materiais genéticos que, devido ao seu alto potencial de produção, demandam uma quantidade maior de nutrientes e acumulam grande quantidade em seus tecidos, quando comparados aos materiais anteriormente cultivados (PREZOTTI et al., 2013). Para o café, a faixa ideal de acidez ativa (pH) está entre 5,5 e 6,5 (PREZOTTI et al., 2007). De acordo com Valadares et al. (2013), a demanda por cada nutriente em específico varia de acordo com estágio do cafeeiro. Os principais nutrientes

requeridos pelo cafeeiro Conilon, de um modo geral são nitrogênio, fósforo, potássio, cálcio, magnésio, enxofre, boro, cobre, zinco, ferro e manganês, os quais são de grande importância para o crescimento, desenvolvimento e produção do cafeeiro (COVRE et al., 2016). Em trabalho realizado por Bragança (2005), a sequência de acúmulo de nutrientes pelo cafeeiro Conilon foi  $N > Ca > K > Mg > S > P > Fe > Mn > Zn > Cu$ .

A disponibilidade e a quantidade de nutrientes acumulados pelo cafeeiro pode ser influenciada por uma série de fatores pertinentes à própria planta e ao ambiente: espécie, variedade ou porta-enxerto, estágio vegetativo e idade da planta, volume e eficiência do sistema radicular, variações climáticas, disponibilidade de água e nutrientes no solo, estado fitossanitário da planta, tipo e manejo do solo e interações entre nutrientes (BRAGANÇA et al., 2007). Por isso, deve-se analisar os níveis de nutrientes não somente no solo, mas também no tecido vegetal, a fim de determinar o programa de fertilização da lavoura, pois a planta extrai os nutrientes do solo (COVRE et al., 2016). O órgão vegetal geralmente utilizado para análise são as folhas, onde acontecem inúmeros processos metabólicos, ocorre a maior produção de fotossintatos e para onde se dirige a maior quantidade de nutrientes absorvidos pelas plantas refletindo bem as mudanças nutricionais sofridas pelo vegetal (COVRE et al. 2018).

De acordo com Partelli et al. (2016), na cultura do cafeeiro a interpretação da análise do solo e a avaliação do estado nutricional das plantas são realizadas principalmente pelo método conhecido como faixa de suficiência, pela facilidade de interpretação dos resultados, uma vez que considera uma faixa de concentração abaixo da qual a taxa de crescimento, ou a produção, diminuem.

As recomendações de adubação e calagem para o café Conilon no Espírito Santo são baseadas nos trabalhos de Prezotti et al. (2007), Ferrão et al. (2012) e Ferrão et al. (2017). Devido à falta de trabalhos mais recentes neste aspecto, muitos técnicos e cafeicultores de café Conilon situados no Norte do Espírito Santo estão utilizando como referência a faixa de suficiência nutricional para solos publicada por Cavalcanti et al. (2017), trabalho desenvolvido em lavouras de café Conilon no sul da Bahia, devido à proximidade geográfica entre os dois Estados, principalmente no que tange ao Norte do Espírito Santo. E para faixa de suficiência nutricional de tecido vegetal, trabalho publicado por Partelli et al. (2016), desenvolvido no Norte do Espírito Santo.

## 2.3 Espectrometria de fluorescência de raios X

A fluorescência de raios X (FRX ou XRF) é uma técnica de análise elementar que vem sendo usada há aproximadamente meio século para caracterização de materiais (FERRETTI, 2009). O equipamento emite feixes de raios X de alta energia, que causam o deslocamento de elétrons de camadas internas para as externas quando atingem os átomos dos elementos da amostra, em sequência, os elétrons deslocados retornam às suas órbitas originais emitindo uma radiação característica na forma de fluorescência no comprimento de onda dos raios X. Esse comprimento de onda é específico/característico de cada elemento químico, pois está relacionado ao número atômico do elemento (SILVA et al., 2017).

O espectrômetro portátil de fluorescência de raios X (pXRF) é uma ferramenta recente, de menor potência e com poucos trabalhos em todo o mundo, assim como no Brasil, necessitando de mais estudos para avaliar os efeitos de diferentes condições do solo tropical nos resultados de pXRF, como umidade do solo, distribuição granulométrica, estrutura, mineralogia e teor de matéria orgânica (RIBEIRO et al., 2017). O pXRF permite avaliar o teor total de elementos da tabela periódica, em solos e folhas sob condições naturais, dando uma visão de algumas de suas propriedades e contribuindo para a investigação de processos pedogenéticos, sem produção de resíduos químicos (WEINDORF et al., 2014). Rouillon et al. (2016), estudando solos contaminados com metais pesados e comparando dados de elementos obtidos do pXRF e da espectroscopia de emissão atômica com plasma indutivamente acoplado (ICP-AES) com materiais de referência certificados, descobriram que o pXRF forneceu resultados adequados para Ti, Fe e Cu, Zn, Mn, Cr, Sr, Cd e Pb.

Esta técnica está bem disseminada na comunidade científica, por sua habilidade em determinar elementos químicos, geralmente de forma rápida, sem destruir a matriz, com baixo custo operacional e mínimo preparo da amostra (WEINDORF et al., 2014). A técnica de XRF analisa os teores totais dos elementos da amostra e a análise química de rotina somente a fração em solução e no complexo de troca, principalmente, e um pouco da fração que pode ser dissolvida. Guerra et al. (2018), em estudo do método de análise pXRF com folhas de cana-de-açúcar, concluíram que o método permitiu uma avaliação rápida do perfil nutricional das plantas, evitando as demoradas etapas de preparação das amostras, como secagem,

moagem, pesagem e digestão ácida. Reidinger et al. (2012) em determinação de dois nutrientes em folhas moídas de três espécies da família *Poaceae* por pXRF alcançou um rendimento de 200 amostras por dia, incluindo o tempo necessário para preparo das amostras e a própria medição. Weindorf et al. (2012) tentaram diferenciar os horizontes espódico e albico utilizando um pXRF e observaram que esta técnica proporciona análises rápidas e eficientes de solos originados de cinzas vulcânicas. Em outro trabalho, Weindorf et al. (2015), utilizando o pXRF para a determinação de descontinuidades litológicas de solos de três países diferentes, observaram uma resposta adequada do pXRF quando comparados com os dados laboratoriais e as descrições morfológicas dos perfis.

O equipamento permite o acesso à informação em campo ou em laboratório. Para medições em campo, a caracterização do solo pode ser realizada na superfície ou diretamente no perfil do solo (SILVA et al., 2018). Em condições de laboratório, normalmente, tem sido usado para análises, amostras de solo perturbadas como por exemplo amostras de solo seco passadas através de uma peneira de 2 mm, também pode ser feita a prensagem do material ou fundição (RIBEIRO et al, 2017). Normalmente, cada medição leva até 60 segundos, embora o tempo de digitalização possa ser definido pelo usuário, por vezes sendo realizado em triplicata, com variação da área avaliada por meio da movimentação da amostra.

Os dados de pXRF obtidos em condições de campo (por exemplo, diretamente no perfil do solo) podem diferir significativamente dos resultados obtidos usando amostras de solo perturbadas em condições de laboratório (RIBEIRO et al., 2017). Stockmann et al. (2016) concluíram que os teores de K, Fe, Mn e Ti foram maiores em condições de laboratório do que de campo. Silva et al. (2017) relataram que métodos de preparo de amostras com diferentes tamanhos de partículas e o local onde as amostras foram digitalizados por pXRF (no campo ou laboratório) apresentaram diferenças estatísticas para os teores de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e  $\text{TiO}_2$ .

Na avaliação de amostras de solos, a heterogeneidade das amostras quanto aos teores, tamanho e textura das partículas, e a presença de ar e água podem influenciar os resultados (MELQUIADES et al, 2011). A distribuição do tamanho da partícula obtida pode interferir na variação da acurácia dos resultados, para partículas de solo menores, a intensidade da XRF é aumentada devido a ângulos de incidência menores, então, para partículas finas do solo, pode-se esperar um teor elementar maior (MARUYAMA et al., 2008). A variação da acurácia dos resultados também pode

ocorrer por interferência espectral onde alguns elementos podem ter suas linhas espectrais sobrepostas ou a energia emitida por um elemento excita outro elemento. A área digitalizada e profundidade de penetração dos raios X também podem ser fatores limitantes, normalmente, a área varrida por pXRF é de cerca de 1 cm<sup>2</sup> e a penetração de 2 a 5 mm, assim, a heterogeneidade (por exemplo, distribuição do tamanho de partículas) afetará os resultados (RIBEIRO et al., 2017). Silva et al. (2018) compararam os teores de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub> e P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> obtidos pelo pXRF com os resultados de digestão com ácido sulfúrico e avaliaram os efeitos de diferentes formas de preparo de amostras de solo e leitura com o pXRF sobre seus resultados para solos brasileiros, concluindo que o pXRF possui um grande potencial para obter rápida e economicamente os teores de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e TiO<sub>2</sub> com elevada correspondência com os resultados laboratoriais da análise da digestão com ácido sulfúrico e que os métodos variáveis de preparo das amostras promovem diferenças nos resultados de pXRF.

### **3. CAPÍTULOS**

### 3.1 Atributos físicos e químicos do solo e nutrientes em folhas de café Conilon no Tabuleiro Costeiro do Norte do Espírito Santo.

#### Resumo

Os solos do Espírito Santo têm por característica a baixa fertilidade natural, reforçando a importância do correto manejo do solo e da planta com intuito de melhorar suas características físicas e químicas, refletindo no aumento da produtividade e sustentabilidade. Objetivou-se com este trabalho fornecer um diagnóstico sobre a qualidade e fertilidade do solo e estado nutricional das folhas do cafeeiro Conilon em Latossolos e Argissolos Amarelos em ambientes de Tabuleiros Costeiros da região Norte do Espírito Santo. As amostras foram coletadas nos municípios de São Mateus, Jaguaré, Boa Esperança, Pinheiros, Conceição da Barra e Montanha. As análises físicas consistiram na composição granulométrica, densidade do solo, densidade de partículas e porosidade total. Nas análises químicas do solo, determinou-se a acidez ativa ( $\text{Al}^{3+}$ ),  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ , acidez potencial ( $\text{H}+\text{Al}$ ), SB, V, CTC, pH em água, fósforo Mehlich-1, carbono orgânico, matéria orgânica, nitrogênio e os micronutrientes ( $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ). Nas folhas determinou-se os macronutrientes e micronutrientes. Realizou-se a diagnose da fertilidade do solo e nutrição das folhas identificando-se os elementos deficitários, comparando-os com lavouras cafeeiras de referência em estudos realizados no Espírito Santo. Quanto aos atributos físicos do solo, a densidade média é de  $1,43 \text{ g cm}^{-3}$  e a textura predominante é franco-argiloarenosa. Quanto às análises químicas, a MO, K, Ca, Mg, Fe, Al e ( $\text{H}+\text{Al}$ ) encontram-se em níveis baixos no solo, o P em excesso e os demais atributos em níveis médios. Na análise de folhas o N, P, K, Mg, Cu, Fe e Zn estão em baixos teores nas plantas, o Ca apresentou índice alto, apenas o teor de Mn apresenta-se no nível adequado. Não há tendência de aumento dos teores dos nutrientes nas folhas com o aumento dos mesmos no solo, indicando que não há uma relação direta. A maioria dos elementos do solo e das folhas encontra-se em níveis inferiores quando comparados com lavouras de referência, tonando-se necessário um correto balanceamento dos nutrientes caso se queira alcançar altos níveis de produtividade.

**Palavras-chave:** *Coffea canephora*, diagnose nutricional, fertilidade do solo, nutrição de plantas.



## Physical and chemical attributes of soil and nutrients in Conilon coffee leaves on the Northern Coastal Tableland of Espírito Santo.

### Abstract

The soils of Espírito Santo are characterized by low natural fertility, reinforcing the importance of correct management of soil and plant in order to improve their physical and chemical characteristics, reflecting increased productivity and sustainability. In view of the above, the objective of this work was to provide a diagnosis on the quality and soil fertility and nutritional status of the leaves of the Conilon coffee tree in Latosols and Yellow Argisols in Coastal Tablelands environments of the northern region of Espírito Santo. The samples were collected in the municipalities of São Mateus, Jaguaré, Boa Esperança, Pinheiros, Conceição da Barra and Montanha. The physical analyzes consisted of particle size, soil density, particle density and total porosity. In the soil chemical analyzes the active acidity ( $\text{Al}^{3+}$ ),  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ , potential acidity ( $\text{H}+\text{Al}$ ), SB, V, CTC, pH in water, Mehlich-1 phosphorus, organic carbon, organic matter, nitrogen and micronutrients ( $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ). Macronutrients and micronutrients were determined on leaves. The soil fertility and nutrition of the leaves were diagnosed, identifying the deficient elements, comparing them with reference coffee plantations in studies carried out in Espírito Santo. Regarding the physical attributes of the soil, the average density is  $1.43 \text{ g cm}^{-3}$  and the predominant texture is loamy-clayey. As for the chemical analyzes, OM, K, Ca, Mg, Fe, Al and ( $\text{H}+\text{Al}$ ) are found in low levels in the soil, the excess P and the other attributes in average levels. In the leaf analysis the N, P, K, Mg, Cu, Fe and Zn are low levels in the plants, the Ca presented high index, only the Mn content is at the appropriate level. There is no tendency to increase the nutrient content in the leaves with the increase of the same in the soil, indicating that there is no direct relation. Most soil and leaf elements are at lower levels when compared to reference crops, and a correct balancing of nutrients is necessary if high levels of productivity are to be achieved.

**Keywords:** *Coffea canephora*, nutritional diagnosis, soil fertility, plant nutrition.

## Introdução

O primeiro passo para o alcance de melhorias nos atributos do solo é a caracterização do mesmo quanto as suas características físicas e químicas, principalmente naqueles classificados como distrocoesos como é o caso dos solos de Tabuleiros Costeiros. Os Tabuleiros são um tipo de formação geomorfológica que ocorrem de forma expressiva no Norte do Espírito Santo, uma das principais regiões produtoras de café Conilon do Estado. O relevo em sua maioria é suave ondulado, podendo apresentar na sua parte interiorana, superfícies onduladas, e nas áreas de dissecções, relevo forte ondulado que raramente ultrapassam a 30% de declividade (ARAÚJO, 2000).

Os solos com presença proeminente nos ambientes de Tabuleiros são os Latossolos e Argissolos, ambos Amarelos e distróficos, apresentando baixos teores de nutrientes e horizontes subsuperficiais coesos, de consistência dura quando secos (SANTOS et al., 2013). Estas características associadas ao uso excessivo da mecanização têm promovido a desestruturação dos solos e compactação ao longo do perfil, com a formação de camada de selamento superficial, agravada pelos ciclos de umedecimento e secagem, apresentando impedimento físico ao desenvolvimento de raízes e consequentemente absorção de água e nutrientes.

De forma geral, os solos do Espírito Santo têm por característica, a baixa fertilidade natural. Em levantamento do índice de fertilidade do Estado do Espírito Santo, realizado por Pires et al. (2003), observou-se que a maioria dos atributos da fertilidade do solo avaliados se encontram em baixos níveis, requerendo calagem e adubações, para sua utilização na agricultura. Tais informações reforçam a importância do correto manejo do solo e da planta, promovendo melhores condições ao desenvolvimento do sistema radicular e absorção de nutrientes, principalmente para o café Conilon, cujas novas variedades estão a cada dia mais exigente em termos de nutrição e qualidade do solo devido aos programas de melhoramento (SANTOS et al., 2015). Na análise química e física do solo é possível conhecer suas características e estado da fertilidade, sendo importante para determinar fontes, quantidades e o momento mais adequado para a aplicação de corretivos e fertilizantes pelo produtor.

Reações complexas podem ocorrer no solo e, em alguns casos, mesmo quando a análise aponta que os nutrientes estão em quantidades suficientes para o

desenvolvimento das plantas, os mesmos podem estar em formas indisponíveis (CARLOS et al., 2015). Sendo assim, é interessante analisar os nutrientes não somente no solo, mas também no tecido vegetal, com o uso principalmente das folhas, pois é o local onde ocorre a maior produção de fotossintatos e para onde se dirige a maior quantidade de nutrientes absorvidos pelas plantas (COVRE et al., 2018).

A correta interpretação da análise química do solo e das folhas proporciona informações que favorecem o uso e manejo de insumos e melhoram o equilíbrio do sistema, refletindo diretamente no aumento da produtividade, desde que todo o processo também seja feito de forma correta, da amostragem até as análises laboratoriais, garantindo a confiabilidade dos resultados. Neste contexto, objetivou-se com este trabalho fornecer um diagnóstico sobre a qualidade e fertilidade do solo e o estado nutricional das folhas do cafeeiro Conilon em Latossolos e Argissolos Amarelos em ambientes de Tabuleiros Costeiros do Norte do Espírito Santo.

## **Material e Métodos**

### **Descrição das áreas de amostragem**

A área de estudo incluiu os municípios localizados no ambiente de Tabuleiros Costeiros da região Norte do Espírito Santo: São Mateus, Jaguaré, Boa Esperança, Pinheiros, Conceição da Barra e Montanha. Segundo a classificação climática proposta por Köppen, esta região apresenta clima tipo Aw, ou seja, tropical úmido no verão e inverno seco com precipitação e temperatura média anual entre 1.000 a 1.400 mm e de 23 °C respectivamente (ÁLVARES et al., 2014).

Em cada município foram selecionadas propriedades localizadas no topo do Tabuleiro cujas classes de solo, segundo a dados do Sistema Brasileiro de Classificação de Solos (SANTOS et al., 2013), são os Latossolos e Argissolos Amarelos. As amostragens foram realizadas no período de Março a Julho de 2018, em lavouras em plena produção, entre 2 a 16 anos de idade e com genótipos distintos, havendo clones de ciclo precoce, médio e tardio. Nas glebas com idades diferentes na mesma propriedade, foram feitas amostragens separadas. Os cafeeiros Conilon, em geral, estavam em seu estágio de enchimento dos grãos e maturação dos frutos.

As propriedades eram de diferentes níveis tecnológicos de produção: baixo, médio e alto, consequentemente as formas de manejo e condução das lavouras também eram distintas e as mesmas estavam em diferentes condições, muitas delas eram bem conduzidas com plantas vigorosas e saudáveis, já em outras haviam falhas de plantio, plantas desfolhadas e com folhas amareladas (Figura 1), por isso, para cada gleba amostrada foi confeccionada uma ficha de campo, registrando-se as principais características e tratos culturais da lavoura (Tabela 1), além de sua localização geográfica, a fim de apresentar a distribuição dos pontos (Figura 2).

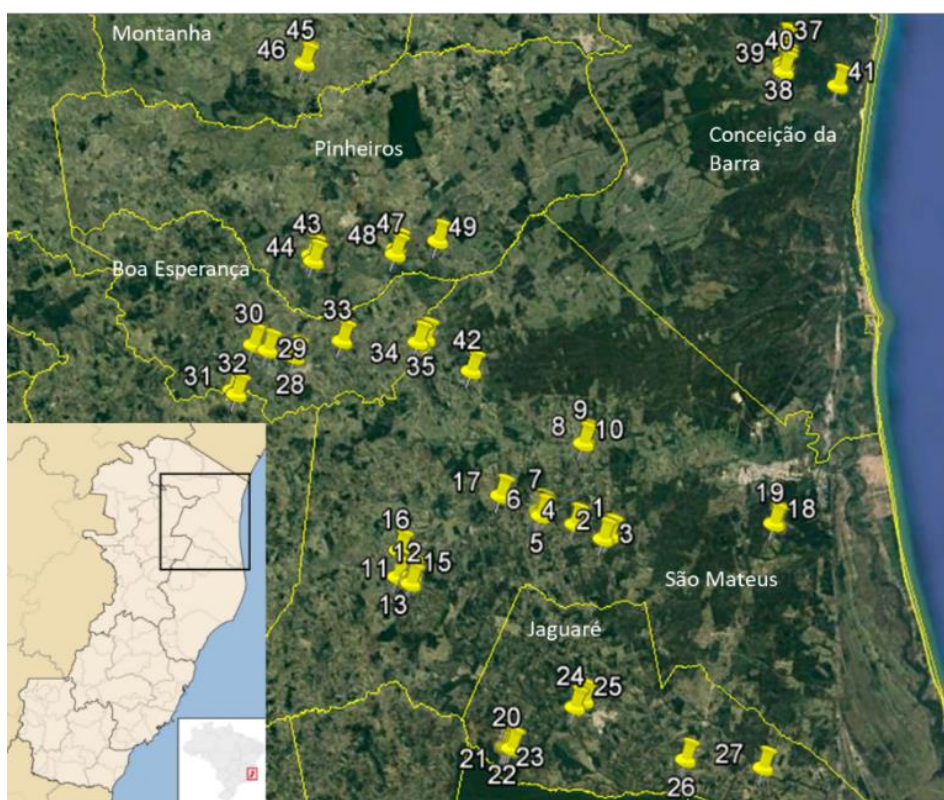
A densidade de plantas por hectare nas lavouras era de 2.500 a 4.000 e a produtividade, estimada pelos produtores, variou entre 25 até 100 sacas por hectare. A maioria das lavouras amostradas eram manejadas com irrigação, adubações, calagem e controle fitossanitário, com ou sem o auxílio de técnico responsável. No geral eram feitas análises de fertilidade do solo uma vez ao ano, a maior parte nunca fez análise foliar.



**FIGURA 1.** Algumas lavouras de café Conilon em plena produção, amostradas nos municípios do Norte do Espírito Santo.

**TABELA 1.** Ficha utilizada na entrevista com os produtores de café Conilon.

FICHA DE CAMPO	
Número da amostra:	Data:
Município:	
Comunidade:	
Coordenadas:	
Nome do produtor:	
Telefone:	
Identificação da lavoura	
Idade do cafezal:	
Área:	
Produtividade esperada:	
Material genético:	
Cultura anterior:	
Tratos culturais	
Irrigação:	
Podas:	
Manejo do mato:	
Defensivos:	
Análise de solo/folhas:	
Adubação:	
Calagem:	
Maquinário:	
Observações:	



**FIGURA 2.** Localização geográfica das lavouras de café Conilon amostradas nos municípios do Norte do Espírito Santo.



### Amostragens de solo e planta

As amostras de solo com estrutura deformada para análise de fertilidade foram retiradas na projeção da copa das plantas, coletadas através de uma sonda na profundidade de 0-0,20 m, de forma composta de pelo menos 15 amostras simples em área de 1 ha, caminhando-se em zigue-zague pelo talhão, totalizando 49 cafezais.

Também foram retiradas amostras de solo com estrutura indeformada na projeção da copa das plantas, através da inserção de um anel de aço de bordas cortantes e volume interno de 91,55 cm<sup>3</sup>, na profundidade de 0-0,10 m, para análise de densidade do solo, totalizando-se 5 amostras por talhão (Figura 3).

A amostragem de folhas foi realizada em 19 cafezais, nos talhões correspondentes às amostragens de solo e conforme a recomendação para análises foliares (MALAVOLTA et al., 1997), retirando-se quatro folhas com pecíolo por planta do terceiro ou quarto par de folhas dos ramos produtivos, situados à meia altura da planta e ao redor da mesma, totalizando-se 80 folhas por talhão.



**FIGURA 3.** Amostra indeformada para análise de densidade do solo.

## **Preparo das amostras e análises laboratoriais**

Quanto às propriedades físicas do solo, foi analisada a composição granulométrica (5 frações), densidade do solo, densidade de partículas e calculou-se porosidade total a partir da relação entre a densidade do solo ( $d_s$ ) e a densidade de partículas ( $d_p$ ) de acordo com a fórmula:  $1-(d_s/d_p)*100$ . As análises de densidade foram realizadas no laboratório de solos do Centro Universitário Norte do Espírito Santo (Ceunes/Ufes) e as demais na Embrapa Solos (RJ) conforme os métodos descritos por Teixeira et al. (2017).

As amostras de solo para fertilidade foram destorroadas e submetidas à secagem em estufa de circulação forçada de ar, na temperatura de 50 °C até peso constante. Em seguida as mesmas foram peneiradas em peneira granulométrica com malha de 2 mm. Nas análises químicas, determinou-se a acidez ativa ( $Al^{3+}$ ),  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $K^+$ , acidez potencial ( $H+Al$ ), SB, V, CTC, pH em água, fósforo Mehlich-1, carbono orgânico, matéria orgânica, nitrogênio e os micronutrientes ( $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ). A matéria orgânica foi obtida pela multiplicação do teor de carbono por 1,724.

As folhas recém colhidas também foram submetidas à secagem em estufa de circulação forçada de ar, na temperatura de 65 °C até peso constante. Em seguida foram moídas em moinho tipo Willye e acondicionadas em sacos plásticos, para análises posteriores. Nas análises foliares determinou-se os macronutrientes (N, P, K, Ca, Mg) e micronutrientes (Cu, Fe, Mn, Zn). As análises químicas de solo e folhas foram realizadas na Embrapa Solos (RJ) conforme os métodos descritos em Teixeira et al. (2017) e Silva et al. (2009).

## **Análise dos dados**

O diagnóstico da fertilidade do solo e nutrição das folhas de cada cafeeiro amostrado, foi feito utilizando-se trabalhos realizados em lavouras de café Conilon no Espírito Santo (PREZOTTI et al., 2007), em seguida calculou-se a porcentagem de lavouras com índice alto, médio, adequado e alto dentro de todas as lavouras amostradas.

Para efeito de comparação entre os cafeeiros amostrados neste estudo e cafeeiros com produtividade igual ou superior a 100 sacas por hectare, utilizou-se para fertilidade do solo, trabalho realizado no extremo sul da Bahia (CAVALCANTI et al.,

2017), pelo fato de haver grande proximidade geográfica entre os dois Estados além de pesquisa mais recente e, para o diagnóstico nutricional das plantas, utilizou-trabalho desenvolvido por Partelli et al. (2016), no Norte do Espírito Santo.

As análises dos dados incluíram estatística descritiva feita no programa Excel, calculando-se a média, desvio padrão, coeficiente de variação, mínimo e máximo dos atributos físicos e químicos do solo na profundidade de 0-0,20 m, os macros e micronutrientes presentes nas folhas e a produtividade estimada das lavouras amostradas. Foram feitos gráficos de dispersão relacionando a produtividade dos cafeeiros com os teores dos nutrientes contidos nas folhas e no solo e também a relação entre os teores dos nutrientes no solo e nas folhas, feitos no programa Excel.

## **Resultados e Discussão**

### **Atributos físicos do solo**

A produtividade das lavouras foi estimada por cada produtor, havendo grande variação, com valores entre 25 e 100 sacas  $\text{ha}^{-1}$ , com uma média de aproximadamente 63 sacas  $\text{ha}^{-1}$  (Tabela 1). A porosidade total do solo tem média de 43,74%, a densidade de partículas média de  $2,55 \text{ g cm}^{-3}$  e a densidade do solo variou de  $1,24$  a  $1,68 \text{ g cm}^{-3}$ , com média de  $1,43 \text{ g cm}^{-3}$ , observando-se uma diminuição da porosidade total com o aumento da densidade (Tabela 1). Estes atributos apresentam valores médios dentro do que já foi encontrado por outros pesquisadores no cultivo de café Conilon em Tabuleiros Costeiros (SANTOS et al., 2000; SANTOS et al., 2004; SOUZA et al., 2014).

Os solos de Tabuleiros têm como característica marcante a presença de horizontes subsuperficiais coesos, que segundo o SiBCS (SANTOS et al., 2013), estão situados geralmente entre os horizontes de transição (AB, BA) e no topo do horizonte B e apresentam consistência muito dura quando secos, passando a friáveis ou firmes quando úmidos, refletindo no aumento da densidade do solo. Isto se deve à presença de argilominerais muito finos no solo, como a caulinita (LIMA et al., 2010). Além disso, os solos, quando submetidos à cultivos intensivos, como no caso dos solos amostrados, tendem a perder a estrutura original, pelo fracionamento dos



agregados, havendo, como consequência, diminuição de macroporos e aumento de microporos e da densidade (EFFGEN et al., 2012). Valores de densidade relativamente altos podem atuar como fator limitante à produtividade da planta por prejudicar o desenvolvimento das raízes e consequentemente a absorção de água e nutrientes em condições de compactação do solo, haja vista que a maior parte do sistema radicular ativo do cafeeiro encontra-se na camada superficial do solo (COVRE et al., 2015).

De posse da composição granulométrica do solo foi possível identificar a classe textural que mais se repete entre as lavouras amostradas, sendo aproximadamente 50% das lavouras com solos de textura franco-argiloarenosa, 28% com textura franco-arenosa, 14% argila-franca, 6% argiloarenosa e 2% areia. De forma geral em ambientes de Tabuleiros, os Argissolos apresentam textura arenosa e média nos horizontes superficiais e textura argilosa nos horizontes subsuperficiais, enquanto que os Latossolos são de textura média e argilosa, nos horizontes superficiais e subsuperficiais, respectivamente (FONTANA et al., 2016).

**TABELA 1.** Estatística descritiva dos atributos físicos do solo (0-0,20 m) e produtividade estimada das lavouras amostradas.

Atributo analisado	Média	Desvio padrão	CV (%)	Mín.	Máx.
Produtividade (sacas ha <sup>-1</sup> )	63,24	20,7	32,7	25	100
Densidade do solo (g cm <sup>-3</sup> )	1,43	0,12	8,26	1,24	1,7
Densidade de partículas (g cm <sup>-3</sup> )	2,55	0,12	4,85	2,06	2,8
Porosidade total (%)	43,7	5,7	13,1	30,16	54,6
Areia grossa (g kg <sup>-1</sup> )	585	87,4	14	426	802
Areia fina (g kg <sup>-1</sup> )	164	39,4	23	88	254
Silte (g kg <sup>-1</sup> )	33,9	12,3	36,4	10	62
Argila total (g kg <sup>-1</sup> )	215,5	72,3	33,6	80	360
Argila dispersa (g kg <sup>-1</sup> )	207,3	71,2	34,7	80	360

CV (coeficiente de variação), Mín. (mínima), Máx. (máxima).

### Atributos químicos do solo

A média do teor do nitrogênio (N) é de 0,9 g kg<sup>-1</sup> (Tabela 2), cujos teores não são utilizados como fator para avaliação da qualidade ou fertilidade do solo devido a sua dinâmica nos solos tropicais, contudo, sua presença no solo está principalmente

na forma orgânica. Ao avaliar a relação C/N, com média de 8,55, observa-se que a matéria orgânica já está estabilizada no solo, segundo Prezotti et al. (2013a), valores abaixo de 20 indicam rápida mineralização, o material orgânico deixou de ser “dreno” e passou a ser “fonte” de nutrientes. O nitrogênio (N) apresenta alta demanda durante todo o ciclo do cafeeiro, devido sua participação em todos os processos da planta (DUBBERSTEIN et al., 2017).

Quase todas as lavouras amostradas (98%) apresentam teor de matéria orgânica (MO) baixo, com média geral de  $1,3 \text{ dag dm}^{-3}$  (Tabela 2). Em Tabuleiros Costeiros, solos de baixa fertilidade natural, a textura média e arenosa associada a alta temperatura e umidade intensificam a oxidação da matéria orgânica, indicando baixa relação C/N (HAYNES, 1970). Aliado a este fato, em cultivos convencionais, o uso intensivo e o constante revolvimento do solo contribuem para a redução do teor de matéria orgânica (MACHADO et al., 2014), acentuando as dificuldades de infiltração de água no solo e absorção de nutrientes, características que já são comuns em solos de Tabuleiros.

O fósforo (P) é o único elemento químico com a maior proporção no índice alto, com média de  $55,3 \text{ mg dm}^{-3}$  e coeficiente de variação de 81% (Tabela 2), indicando que há grande dispersão dos valores em relação à média ou seja, há propriedades rurais com o nível de P baixo e outras com o nível alto, podendo ser comprovado pelos valores de máxima e mínima. O extrator utilizado para análise foi o Mehlich-1 cujo objetivo é identificar a possibilidade de resposta à adubação fosfatada, onde a indicação de níveis altos significa que naquele solo há baixa probabilidade de resposta das culturas à aplicação de P, caso o contrário ocorra, se os valores determinados na análise forem baixos, há necessidade de aplicação de P, para que haja adequado crescimento das plantas (PREZOTTI et al., 2013a).

Aproximadamente 74% das lavouras amostradas encontra-se com índice alto de P no solo, e a aplicação de fertilizantes fosfatados nestas áreas não surtirá o efeito esperado, havendo desperdícios de recursos. Todavia, o extrator Mehlich-1, por ser uma solução ácida (pH em torno de 2,0), pode dissolver formas de P pouco solúveis, apresentando teores mais elevados do que o que está realmente disponível para as plantas (PREZOTTI et al., 2013a). O fato de o nutriente estar em valores altos no solo não quer dizer que a planta irá utilizá-lo como um todo, isto dependerá de outros fatores como a necessidade da planta pelo elemento na fase de desenvolvimento em

que a mesma se encontra. De acordo com Valadares et al. (2013) a demanda por cada nutriente em específico varia de acordo com estágio do cafeeiro.

O teor de potássio (K) determinado está em sua maior proporção no índice baixo, segundo a classificação nutricional, com média de  $67,2 \text{ mg dm}^{-3}$ , os teores de cálcio (Ca) e magnésio (Mg) também, com média de 2,5 e  $0,7 \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3}$ , respectivamente (Tabela 2). Estes resultados corroboram com o que afirmam Sobral et al. (2015), a quantidade de bases trocáveis Ca, Mg e K indicam o grau de intemperismo do solo, em solos mais jovens, menos intemperizados, os teores destes elementos são mais altos, e em solos que sofreram mais intemperismo como os solos dos Tabuleiros Costeiros, os teores dos citados elementos são mais baixos.

A soma de bases (SB), saturação por bases (V) e CTC total (T), são dependentes dos valores dos cátions presentes na solução do solo, mostrando o seu potencial produtivo e a capacidade de adsorção dos nutrientes disponíveis na solução. Estas variáveis estão em sua maior proporção nos índices adequados segundo a classificação nutricional (Tabela 2), podendo-se inferir que os solos amostrados apresentam resposta positiva ao uso de adubos e fertilizantes, sendo adequados ao cultivo de café Conilon, já que o mesmo é exigente em termos nutricionais (SANTOS et al., 2015).

A acidez trocável ( $\text{Al}^{3+}$ ) e acidez potencial (H+Al) se encontram com índices baixos, com médias de 0,02 e  $2,2 \text{ cmol}_c \text{ dm}^{-3}$ , respectivamente. Quanto menor o teor de  $\text{Al}^{3+}$  no solo, melhor o desenvolvimento das plantas, pois segundo Prezotti et al. (2013a), o Al causa o engrossamento das raízes do cafeeiro, reduz o seu crescimento e impede a formação de pelos radiculares, prejudicando a absorção de água e nutrientes. Enquanto, a acidez ativa (pH) está dentro do esperado para a cultura do café Conilon (PREZOTTI et al., 2007), com média de 5,9. O valor do pH do solo influencia as formas de Al, com a elevação do mesmo, o Al passa para a forma insolúvel, não tóxica para as plantas (SOBRAL, et al., 2015). Este fato reforça a importância da prática da calagem, visando reduzir a toxidez de Al e aumentar a disponibilidade, principalmente de macronutrientes no solo, como o Ca e o Mg.

Dos micronutrientes analisados, o cobre (Cu), manganês (Mn) e zinco (Zn) apresentam índice médio e o ferro (Fe) índice baixo em todas as lavouras amostradas (Tabela 2). A deficiência de Fe pode estar relacionada à aplicação de altas doses de calcário ou excesso de P nas lavouras (PREZOTTI et al., 2013a), como ocorreu nesta pesquisa. Estes resultados corroboram com o que foi observado por Costa et al.

(2000) em que o Fe foi um dos nutrientes que se apresentou em grande número de lavouras de café Conilon como sendo nutriente limitante. Em levantamento da fertilidade nas principais unidades de solos sob condições naturais do Espírito Santo, Pires et al. (2003) concluíram que a maioria dos atributos da fertilidade do solo avaliados, com exceção do Al, Fe e MO, encontram-se em baixos níveis no solo, demonstrando a baixa fertilidade natural dos mesmos e requerendo, para sua utilização na agricultura, de calagem e adubações.

**TABELA 2.** Estatística descritiva dos atributos químicos do solo a 0-0,20 m e classificação proposta por Prezotti et al. (2007).

Nutrientes	Média	Desvio padrã o	CV (%)	Mín.	Máx.	Proporção de lavouras (%)				Faixa ideal
						Baixo	Médio	Adeq.	Alto	
N (g kg <sup>-1</sup> )	0,9	0,2	25,5	0,5	1,5	.	.	.	.	
C (g kg <sup>-1</sup> )	7,7	1,8	23,3	3,6	12,2	.	.	.	.	
P (mg dm <sup>-3</sup> )	55,3	44,8	81,0	4,7	179	4,1	10,2	12,2	73,5	15,1-20
K (mg dm <sup>-3</sup> )	67,2	40	59,6	15,6	226	49	42	6,1	2	120-200
Ca (cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> )	2,5	0,9	36,2	0	5,4	77,6	16,3	.	6,1	3-4
Mg (cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> )	0,7	0,2	29,2	0,3	1,3	55,1	40,8	.	4,1	0,8-1
Cu (mg dm <sup>-3</sup> )	1	1,1	115	0,1	6,3	40,8	49	.	10,2	0,5-1
Fe (mg dm <sup>-3</sup> )	19,3	8,1	41,7	6,6	44,2	100	0	.	0	100-200
Mn (mg dm <sup>-3</sup> )	12,4	11,1	89,7	3,0	51,0	22,4	53,1	.	24,5	5-15
Zn (mg dm <sup>-3</sup> )	6,5	5,8	88,8	1,4	32,2	12,2	51	.	36,7	2-6
pH (H <sub>2</sub> O)	5,9	0,5	8,3	4,7	7,1	8,2	.	73,5	18,4	5,5-6,5
Al <sup>3+</sup> (cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> )	0,02	0,1	261	0	0,3	98	2	.	0	.
H+Al (cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> )	2,2	1,0	45,7	0	4,6	71,4	28,6	.	0	.
SB (cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> )	3,4	1,1	31,8	0,9	7	6,1	87,8	.	6,1	2-5
CTC (cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> )	5,5	1,3	24,3	3,1	9,6	42	0	57,1	0	4,5-10
V (%)	61,7	13,8	22,4	22	100	20,4	22,4	55,1	2	60-70
MO* (dag kg <sup>-1</sup> )	1,3	0,3	23,3	0,6	2,1	98	0	2	0	1,5-3

CV (coeficiente de variação), Mín. (mínima), Máx. (máxima), Adeq. (adequado). \*Obtida pela multiplicação do teor de C por 1,724.

A deficiência da maioria dos nutrientes analisados, possivelmente, deve estar relacionada à baixa concentração dos mesmos no solo, por sua extração via cultivos consecutivos, e em muitas lavouras os nutrientes não foram adicionados, ou foram adicionados em quantidades insuficientes (PARTELLI et al., 2005) ou de forma

incorreta. O pH do solo variou de 4,7 a 7, fato que pode ter contribuído negativamente para a disponibilidade dos nutrientes no solo e sua absorção pelas plantas.

### **Atributos químicos das folhas de café Conilon**

As amostragens foram realizadas no período de enchimento dos grãos e maturação dos frutos de café Conilon cujos elementos N, P, K, Mg, Cu, Fe e Zn estão em estado de deficiência nas plantas. Apenas o teor de Mn apresenta a maior porcentagem no nível adequado e o Ca no nível alto, com médias de  $15,5 \text{ g kg}^{-1}$  e  $77,6 \text{ mg kg}^{-1}$ , respectivamente (Tabela 3).

Prezotti et al. (2013b) afirmam que as quantidades de nutrientes acumuladas no cafeeiro variam com o local, época do ano, idade, órgãos e tecidos da planta, concluindo em seu experimento que os teores de N, P e K em todas as partes das plantas declinaram com o passar dos meses após a floração, assim como ocorreu neste estudo. Em contrapartida, Partelli et al. (2016), concluíram que os níveis médios de N, P, K, Cu e Zn foram maiores no período de granação do cafeeiro Conilon, coincidindo com as épocas adubação, porém tratam-se de lavouras de maior nível tecnológico, com produtividades superiores a 100 sacas por hectare, neste estudo a produtividade média foi de 64 sacas/ha.

Bragança et al. (2007) caracterizando o acúmulo de micronutrientes pelo café Conilon concluíram que a maior parte do Fe e Zn é alocada para as raízes ficando em baixos níveis nas folhas, a maior porcentagem do Mn encontra-se nas folhas, no tronco + ramos ortotrópicos o Cu. Marré et al. (2015) em estudo sobre o acúmulo de micronutrientes em frutos de cafeeiro Conilon concluíram que as taxas de acúmulo de Fe, Cu e Mn foram encontradas a partir do 76º dia após a antese, o Zn exibiu uma fase de lento acúmulo no início da formação do fruto, seguida de uma fase de rápido acúmulo no período intermediário do ciclo de formação/maturação do fruto, por isso a taxa dos mesmos nas folhas é menor durante a fase de granação. Estes fatos podem explicar os baixos índices de Fe, Zn e Cu encontrados nas folhas analisadas (Tabela 3).

**TABELA 3.** Estatística descritiva dos nutrientes foliares e classificação proposta por Prezotti et al. (2007).

Nutrientes	Média	Desvio padrão	CV (%)	Mín.	Máx.	Proporção de lavouras (%)			Faixa ideal
						Baixo	Adequado	Alto	
N (g kg <sup>-1</sup> )	24	3,2	13,6	18,5	28,4	100	0	0	29 - 32
P (g kg <sup>-1</sup> )	0,96	0,1	13,2	0,7	1,2	100	0	0	1,2 - 1,6
K (g kg <sup>-1</sup> )	13,2	2,4	18,4	9,4	17	100	0	0	18 - 22
Ca (g kg <sup>-1</sup> )	15,5	2,6	16,6	9,6	20,5	5,3	0	94,7	10 - 13
Mg (g kg <sup>-1</sup> )	3,2	0,7	22,4	2,1	4,7	57,6	36,8	5,3	3,1 - 4,5
Cu (mg kg <sup>-1</sup> )	2	2,4	119,5	0	7	100	0	0	8 - 16
Fe (mg kg <sup>-1</sup> )	60,8	58,5	96,3	29,7	290	89,5	5,3	5,3	70 - 180
Mn (mg kg <sup>-1</sup> )	77,6	53,7	69,2	27,2	204	36,8	57	5,3	50 - 200
Zn (mg kg <sup>-1</sup> )	7,0	5,2	75,1	4,1	26	5,3	5,3	89,5	10 - 20

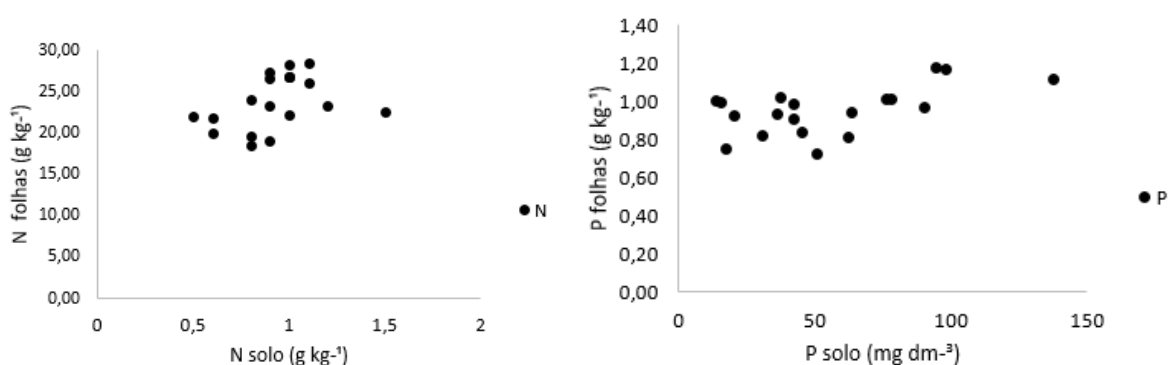
CV (coeficiente de variação), Mín. (mínima), Máx. (máxima).

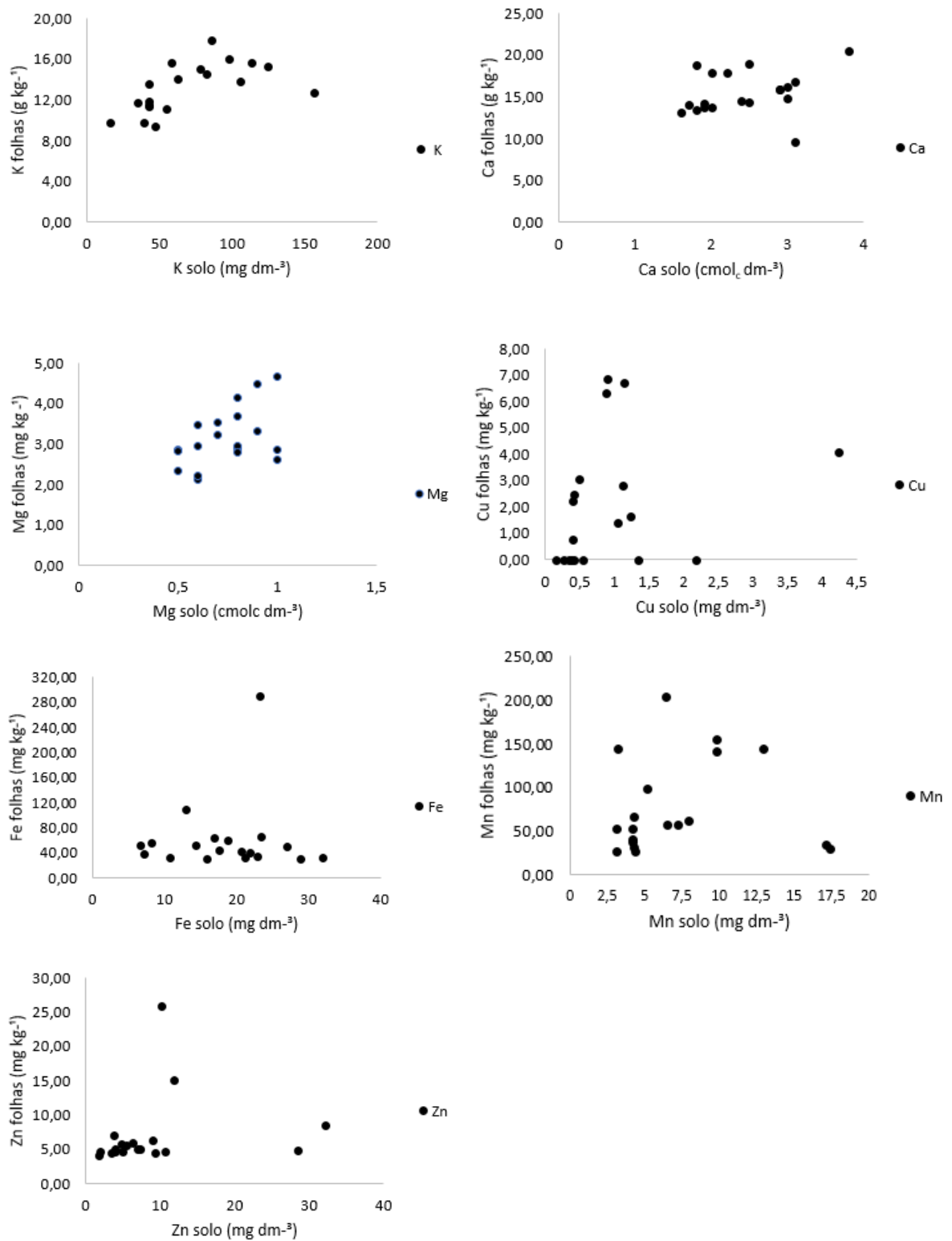
Os baixos níveis da maioria dos elementos foliares podem ter sido influenciados pela alta demanda de nutrientes durante o desenvolvimento dos frutos, que tendem a ser maiores durante a sua expansão e o enchimento dos grãos (PARTELLI et al., 2014) onde nutrientes presentes nas folhas e outras partes das plantas são translocados para os frutos numa relação fonte/dreno (PARTELLI et al., 2016). Covre et al. (2018) observaram que ao longo do desenvolvimento dos frutos de café Conilon, os níveis de N, P, K, Ca e Mg nas folhas diminuíram acentuadamente devido à alta translocação desses nutrientes para a fruto. Os níveis altos de Ca nas folhas deste estudo (Tabela 3) podem estar associados à sua baixa mobilidade, segundo Altoé et al. (2016), após ser adquirido inicialmente pelas raízes, a maior parte do Ca é transportada no xilema para as folhas, depois de alocado nas folhas, o Ca torna-se imóvel.

Os dados, em geral, apresentaram coeficientes de variação considerados altos (PIMENTEL GOMES, 1985), indicando que houve grande dispersão dos valores em relação à média. Uma das possíveis explicações para a heterogeneidade das amostras é a grande variação tecnológica das lavouras amostradas e níveis de instrução por parte dos produtores. Faz-se uso de inúmeros materiais genéticos, tipos de adubos e formas de aplicação dos mesmos, muitas propriedades não têm acompanhamento de nenhum técnico responsável pela cultura, não fazem amostragem e análise de solo regularmente e nunca fizeram análises ou adubações foliares, realizando os tratos culturais, de acordo com experiências vividas.

## Relação entre os nutrientes do solo e das folhas

Na Figura 1 podemos observar que não há tendência de aumento dos teores dos nutrientes nas folhas com o aumento dos mesmos no solo, indicando que não há uma relação direta. Possíveis explicações para este fato são as diferentes vias de entrada do nutriente na planta, por absorção radicular ou foliar e a dinâmica dos nutrientes no solo e nas plantas além do extrator químico utilizado, Mehlich-1 não refletir os teores no solo realmente disponíveis para as plantas (PREZOTTI et al., 2013a). Na solução do solo, mesmo os nutrientes estando disponíveis, pode ser que a planta não o absorva, devido às diferentes formas de transporte dos mesmos até a rizosfera como o fluxo de massa, difusão e interceptação radicular, cujo mecanismo predominante para o transporte de um nutriente é determinado, dentre outros fatores, pela sua proximidade às raízes e seu gradiente de concentração na solução do solo (OLIVEIRA et al., 2010). As plantas absorvem os nutrientes através de suas raízes e outros órgãos de acordo com suas exigências nas diferentes etapas de seu ciclo. Ao adentrar na planta, estes nutrientes são distribuídos e acumulados em diferentes partes das plantas, não necessariamente nas folhas, sendo translocados para outros órgãos quando necessário (BRAGANÇA et al., 2007). Sendo assim a alteração do teor do nutriente no solo não acarretará na alteração do teor do mesmo nas folhas ou vice-versa.





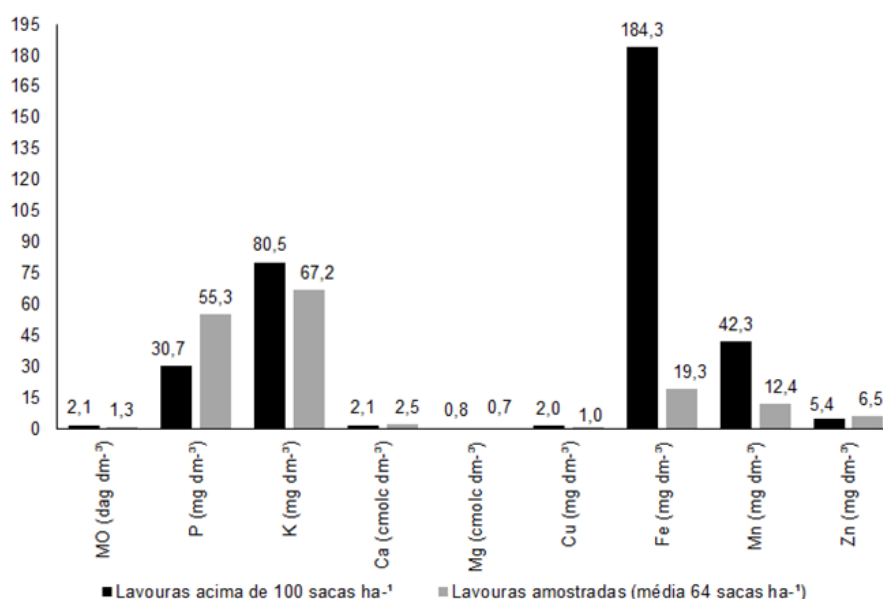
**Figura 1:** Dispersão dos nutrientes das folhas do cafeeiro em função dos nutrientes do solo.

**Comparativo entre as lavouras amostradas e lavouras de referência**

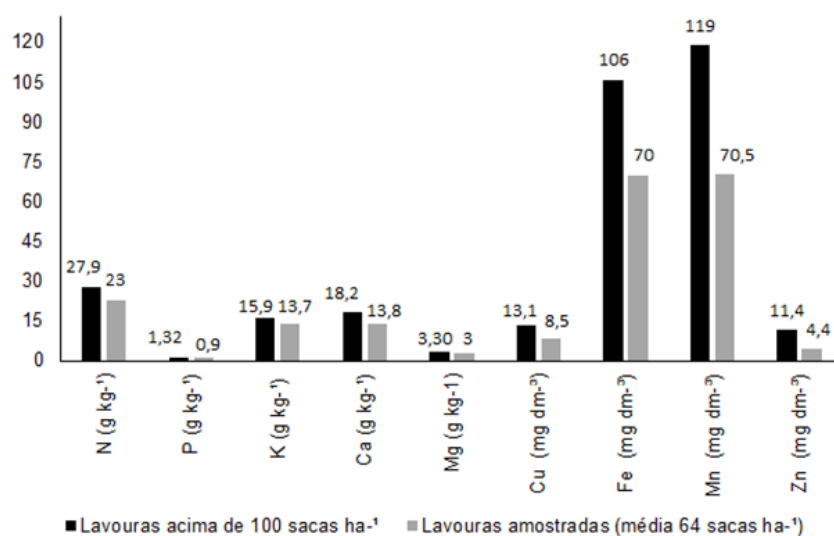


Quanto à fertilidade do solo de café Conilon, percebe-se que a quantidade de P no solo das lavouras amostradas neste estudo está acima da quantidade encontrada nas lavouras de referência, além do Ca e do Zn. Os demais elementos, K, Mg, Cu, Fe, Mn e MO encontram-se com médias inferiores, com destaque para o Fe, havendo um desbalanceamento dos nutrientes (Figura 2). Quanto à nutrição das folhas, todos os nutrientes encontram-se com médias abaixo da quantidade encontrada nas lavouras de referência (Figura 3).

A diferença entre os valores médios das lavouras amostradas e das lavouras de referência é normal, pois, quanto maior a produtividade das plantas de café Conilon, maior será a sua demanda por nutrientes (SANTOS et al, 2015). Caso os produtores de café Conilon dos Tabuleiros Costeiros do Norte do Espírito Santo queiram chegar a este patamar de produtividade, dentre outros fatores, os mesmos devem atentar-se para o estado nutricional de sua lavoura, realizando-se amostragens nas épocas indicadas e adicionando os elementos deficitários.



**FIGURA 2.** Fertilidade do solo das lavouras amostradas neste estudo, comparando-se com lavouras de produtividade igual ou superior a 100 sacas ha<sup>-1</sup> (CAVALCANTI et al., 2017).



**FIGURA 3.** Nutrição foliar das lavouras amostradas neste estudo comparando-se com lavouras de produtividade igual ou superior a 100 sacas ha<sup>-1</sup> (PARTELLI et al., 2016).

### Conclusões

A maior proporção dos solos com plantio de café Conilon nos Tabuleiros Costeiros do Norte do Espírito Santo apresenta densidade média de 1,43 g cm<sup>-3</sup> e textura franco-argiloarenosa. Quanto às análises químicas, os teores da matéria orgânica e dos nutrientes K, Ca, Mg, Fe estão em estado de deficiência, com baixos níveis no solo, sendo o Fe o elemento mais limitante, enquanto o P em está com níveis altos e os demais atributos com níveis médios. Na análise de folhas, os teores de N, P, K, Mg, Cu, Fe e Zn indicam estado de deficiência nas plantas, o Ca está com índice alto, apenas o teor de Mn apresenta nível adequado. Não há tendência de aumento dos teores dos nutrientes nas folhas com o aumento dos mesmos no solo, indicando que não há uma relação direta.

A maioria dos elementos do solo, com exceção do P, Ca e Zn encontra-se em níveis inferiores quando comparados com lavouras de referência, e todos os elementos das folhas encontram-se em níveis inferiores, com destaque para o Fe e Mn, sendo necessário um correto balanceamento dos nutrientes caso se queira alcançar altos níveis de produtividade.

### Referências Bibliográficas

- ALTOÉ, A.; ANDRADE, F. V.; PASSOS, R. R.; SATIRO, L. S. Adubação de cafeeiro Conilon com fertilizante mineral granulado, fonte de magnésio, enxofre e micronutrientes. **Coffee Science**, v. 11, n. 3, p. 335-345, 2016.
- ALVARES, C. A.; STAPE, J. L.; SENTELHAS, P. C.; GONÇALVES, J. L. M.; SPAROVEK, G. Koppen's climate classification map for Brazil. **Meteorologische Zeitschrift**, v. 22, n. 6, p. 711-728, 2014.
- ARAÚJO, Q. R. **Solos de tabuleiros costeiros e qualidade de vida das populações**. Ilhéus: Editus, p. 97, 2000.
- BRAGANÇA, S. M.; MARTINEZ, H. E. P.; LEITE, H. G.; SANTOS, L. P.; SEDIYAMA, C. S.; LANI, J. A. Acúmulo de B, Cu, Fe, Mn e Zn pelo cafeeiro Conilon. **Revista Ceres**, v. 54, p. 398-404, 2007.
- CARLOS, F. S.; MARAFON, A. J.; ANDREAZZA, R.; CAMARGO, F. A. O. Alterações eletroquímicas e dinâmica de nutriente na solução do solo em arroz irrigado com lixiviado industrial tratado. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 39, n. 2, 2015.
- CAVALCANTI, A. C.; OLIVEIRA, M. G., COVRE, A. M.; GONTIJO, I.; PARTELLI, F. L. Primeira aproximação para solo cultivado com cafeeiro Conilon na região atlântica da Bahia. **Coffee Science**, v. 12, n. 3, p. 316-325, 2017.
- COSTA, A. N.; et al. Levantamento nutricional do cafeeiro Conilon pelo DRIS, no Espírito Santo. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE PESQUISA DOS CAFÉS DO BRASIL, 2000, Poços de Caldas, MG. **Anais...** Poços de Caldas: Embrapa Café, 2000. p.1333-1335.
- COVRE, A. M.; PARTELLI, F. L. BONOMO, R.; COCHICHO, J. Impacts of water availability on macronutrients in fruit and leaves of Conilon coffee. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 53, n. 9, p. 1025-1037, 2018.
- COVRE, A. M.; PARTELLI, F. L.; GONTIJO, I.; ZUCOLOTO, M. Distribuição do sistema radicular de cafeeiro Conilon irrigado e não irrigado. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 50, n. 11, p. 1006-1016, 2015.
- DUBBERSTEIN, D.; PARTELLI, F. L.; DIAS, J. R. M.; ESPINDULA, M. C. Influência da adubação no crescimento vegetativo de cafeeiros na Amazônia sul ocidental. **Coffee Science**, Lavras, v. 12, n. 2, p. 197-206, 2017.

EFFGEN, T. A.; PASSOS, R. R.; ANDRADE, F. V.; LIMA, J. S. Propriedades físicas do solo em função de manejos em lavouras de cafeeiro Conilon. **Revista Ceres**, v. 59, n. 3, p. 414-421, 2012.

FONTANA, A. ANJOS, L. H. C.; PEREIRA, M. G. Os Tabuleiros Costeiros do Estado do Espírito Santo: ocorrência e componentes ambientais. In: ROLIM, S. G.; MENEZES, L. F. T.; SRBEK-ARAUJO, A. C. (Orgs.). **Floresta Atlântica de Tabuleiro: diversidade e endemismos na Reserva Natural Vale**. Belo Horizonte: Rupestre, 2016. cap.2, p.31-43.

HAYNES, J. L. **Uso agrícola dos tabuleiros costeiros do Nordeste do Brasil: um exame das pesquisas**. 2. ed. Recife: Sudene, 1970. 139 p.

LIMA, J. A.; RIBEIRO, M. R.; CORRÊA, M. M.; ARAÚJO FILHO; J. C.; LIMA; W. F. Atributos químicos, mineralógicos e micromorfológicos de horizontes coesos de Latossolos e Argissolos dos Tabuleiros Costeiros do Estado de Alagoas. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 34, p. 473- 486, 2010.

MACHADO, L. V.; RANGEL, O. J. P.; MENDONÇA, E. S.; FERRARI, J. L. Fertilidade e compartimentos da matéria orgânica do solo sob diferentes sistemas de manejo. **Coffee Science**, Lavras, v. 9, n. 3, p. 289-299, 2014.

MALAVOLTA, E.; VITTI, G. C.; OLIVEIRA, S. A. **Avaliação do estado nutricional das plantas: princípios e aplicações**. 2. ed. Piracicaba: Potafos, 1997. 319 p.

MARRÉ, W. B.; PARTELLI, F. L.; ESPIDULA, M. C. GONTIJO, I. Micronutrient Accumulation in Conilon Coffee Berries with Different Maturation Cycles. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 39, p. 1456-1462, 2015.

OLIVEIRA, E. M.; RUIZ, H. A.; FERREIRA, P. A.; COSTA, F. O. Nutrient supply by mass flow and diffusion to maize plants in response to soil aggregate size and water potential. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 34, n. 2, 2010.

PARTELLI, F. L.; ESPINDULA, M. C.; MARRÉ, W. B.; VIEIRA, H. D. Dry matter and macronutrient accumulation in fruits of Conilon coffee with different ripening cycles. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 38, n. 1, p. 214-222, 2014.

PARTELLI, F. L.; GOMES, W. R.; OLIVEIRA, M. G.; DIAS, J. M; ESPINDULA, M. C. Normas foliares e diagnóstico nutricional do cafeeiro Conilon na pré-florada e granação, no Espírito Santo. **Coffee Science**, v. 11, n. 4, p. 544-554, 2016.

PARTELLI, F. L.; VIEIRA, H. D.; COSTA, A. N. Diagnóstico nutricional em cafeeiro Conilon orgânico e convencional no Espírito Santo, utilizando o DRIS. **Ciência Rural**, v. 35, n. 6, 2005.

PIMENTEL-GOMES, **Curso de Estatística Experimental**, Piracicaba-SP. ESALQ/USP, 1985.

PIRES, F. R.; CATEN, A.; MARTINS, A. G.; ESPOSTI, M. D. Levantamento da fertilidade nas principais unidades de mapeamento do Espírito Santo. **Revista Ciência Agronômica**, v. 34, n. 2, p. 115-123, 2003.

PREZOTTI, L. C.; BRAGANÇA, S. M. Acúmulo de massa seca, N, P e K em diferentes materiais genéticos de café Conilon. **Coffee Science**, v. 8, n. 3, p. 284-294, 2013b.

PREZOTTI, L. C.; GOMES, J. A.; DADALTO, G. G.; OLIVEIRA, J. A. **Manual de recomendação de calagem e adubação para o estado do Espírito Santo: 5ª aproximação**. Vitória: SEEA\INCAPER\CEDAGRO, 2007. 305p.

PREZOTTI, L. C.; GUARCONI, M. **Guia de interpretação de análise de solo e foliar**. Vitória, ES: Incaper, 2013a. 104 p.

SANTOS, E. O. J.; GONTIJO, I.; SILVA, M. B.; DRUMOND, A. P. Variabilidade espacial de macronutrientes em uma lavoura de café Conilon no Norte do Espírito Santo. **Revista Ciência Agronômica**, v. 46, n. 3, p. 469-476, 2015.

SANTOS, H. G.; JACOMINE, P. K. T.; ANJOS, L. H. C; OLIVEIRA, V. A.; ALMEIDA, J.A.; CUNHA, T. J. F.; OLIVEIRA, J. B. **Sistema brasileiro de classificação de solos**. 3ª ed. revisada e ampliada. Brasília, DF: Embrapa, 2013. 353 p.

SANTOS, R. D. et al. **Levantamento Expedito dos Solos das Reservas Florestais de Linhares e Sooretama no Estado do Espírito Santo**. Centro Nacional de Pesquisa de Solos, Rio de Janeiro: EMBRAPA, 2004. 66 p. (Boletim de Pesquisa, n. 49).

SANTOS, R. D. et al. **Levantamento generalizado e semidetalhado de solos da Aracruz Celulose S.A. no Estado do Espírito Santo e no extremo sul do Estado da Bahia e sua aplicação aos plantios de eucalipto**. Centro Nacional de Pesquisa de Solos, Rio de Janeiro: EMBRAPA, 2000. 111 p. (Boletim de Pesquisa, n.1).

SILVA, F. C. **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes**. 2. ed. rev. e ampl. Brasília: Embrapa Informação Tecnológica; Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2009. 627 p.

SOBRAL, L. F. et al. **Guia prático para interpretação de resultados de análises de solos**. Aracaju: Embrapa Tabuleiros Costeiros, 2015. 13 p. (Documentos / Embrapa Tabuleiros Costeiros, ISSN 1678-1953; 206).

SOUZA, J. M.; BONOMO, R.; PIRES, F. R.; BONOMO, D. Z. atributos físicos do solo em lavouras de cafeeiro Conilon submetido à subsolagem. **Engenharia na Agricultura**, v. 22, n. 5, p. 413-425, 2014.

TEIXEIRA, P. C.; DONAGEMMA, G. K.; FONTANA, A.; TEIXEIRA, W. G. **Manual de métodos de análise de solos**. 3 ed. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2017. 230 p. (Embrapa Solos. Documentos, 132).

VALADARES, S. V. et al. Produtividade e bienalidade da produção de cafezais adensados, sob diferentes doses de N e K. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 48, n. 3, p. 296-303, 2013.

### 3.2 Análise química do solo e folhas de café Conilon por espectrometria de fluorescência raios X.

#### Resumo

Os espectrômetros de fluorescência de raios X vem sendo utilizados para determinar teores totais de elementos químicos em amostras de rocha, plantas e solos. Estes equipamentos detectam a presença de elementos químicos e, a partir de diferentes métodos de calibração, determinam os teores dos destes nas amostras. O uso de equipamentos de menor potência e portáteis (pXRF), na avaliação de amostras de solo vem crescendo nos últimos anos. Objetivou-se com este estudo comparar métodos de análise química de solo e folhas de café Conilon obtidos por espectrometria de fluorescência raios X e por análise química de rotina por via úmida. Os valores dos nutrientes do solo encontrados na análise por pXRF foram subestimados quando comparados aos valores certificados, todos apresentando baixas taxas de recuperação. Na análise de folhas, os métodos de calibração apresentam valores superestimados em relação aos valores obtidos pela análise química de rotina, a menor diferença foi para o K no método "Soil" e maior para o P no "Geochem", onde o modo "Soil" apresenta valores mais próximos ao método tradicional. Há diferença estatística entre o método de análise de folhas convencional e os métodos por fluorescência de raios X pelo teste t a 5% de probabilidade e as correlações entre os teores dos nutrientes nos métodos utilizados são significativas, indicando o potencial de uso da ferramenta. A semelhança ou heterogeneidade dos valores apresentados pelos dois métodos de calibração nos mostra a necessidade de avanços nos estudos dos elementos de forma individual e implementação de algoritmos e calibrações específicas para amostras de solo e folhas.

**Palavras-chave:** XRF, método de calibração, análise química, *Coffea canephora*.

## **Soil nutrients and Conilon coffee leaves obtained by X-ray fluorescence spectrometry and routine chemical analyzes.**

### **Abstract**

X-ray fluorescence spectrometers have been used to determine total levels of chemical elements in rock samples, plants and soils. These devices detect the presence of chemical elements and, from different calibration methods, determine the levels of these in the samples. The use of lower power and portable equipment (pXRF) in the evaluation of soil samples has been increasing in recent years. The objective of this study was to compare methods of chemical analysis of Conilon coffee leaves and soil obtained by X-ray fluorescence spectrometry and routine wet chemical analysis. The soil nutrient values found in the pXRF analysis were underestimated when compared to the certified values, all with low recovery rates. In the leaf analysis, the calibration methods presented values that were overestimated in relation to the values obtained by the routine chemical analysis, the smallest difference was for K in the "Soil" method and higher for the P in "Geochem", where Soil "Presents values closer to the traditional method. There is a statistical difference between the conventional leaf analysis method and the X-ray fluorescence methods by the 5% probability t test and the correlations between the nutrient levels in the methods used are significant, indicating the potential use of the tool. The similarity or heterogeneity of the values presented by the two calibration methods shows the need for advances in the study of individual elements and the implementation of specific algorithms and calibrations for soil and leaf samples.

**Keywords:** XRF, calibration method, chemical analysis, *Coffea canephora*.



## Introdução

A espectrometria de fluorescência de raios X é utilizada para determinar a presença dos elementos químicos em diferentes tipos de amostras como as de rochas, solo e tecido vegetal. Essa técnica permite avaliar o teor total de elementos da tabela periódica, incluindo aqueles considerados como benéficos para as plantas, como alguns macro e micronutrientes. Por isso, tornando-se uma ferramenta potencial para uso na área agronômica em detrimento ao uso de análises convencionais. Trata-se de uma técnica analítica onde raios X são usados para excitar os átomos dos elementos presentes nas amostras em análise, os elementos atingidos pelos raios X primários liberam raios X secundários (efeito da fluorescência) que podem ser detectados e analisados (TEIXEIRA et al., 2017).

O espectrômetro de fluorescência de raios X de menor potência e portátil (pXRF) é uma ferramenta recente que permite o acesso à informação em campo ou em laboratório, estando pronto para solucionar problemas de forma rápida. Existem inúmeras aplicações deste aparelho em áreas da Ciência como Medicina, Geologia, Biologia e Arqueologia, na Ciência do Solo e Fitotecnia estão cada vez mais crescentes as pesquisas e o uso do XRF (SANTOS et al., 2013).

As principais vantagens do pXRF são o baixo custo operacional, mínimo, ou mesmo nenhum, preparo da amostra (SANTOS et al., 2013), relativa facilidade de manuseio do equipamento no campo, além de não haver alteração das propriedades características das amostras, que poderão ser utilizadas em outras análises (NOGUEIRA et al., 2018). Guerra et al. (2018), em estudo do método de análise pXRF com folhas de cana-de-açúcar, concluíram que o método permitiu uma avaliação rápida do perfil nutricional das plantas, evitando as demoradas etapas de preparação das amostras, como secagem, moagem, pesagem e digestão ácida. Reidinger et al. (2012) em determinação de dois nutrientes em folhas moídas de três espécies da família *Poaceae* por pXRF alcançou um rendimento de 200 amostras por dia, incluindo o tempo necessário para preparo das amostras e a própria medição.

Os dados de pXRF obtidos em condições de campo (por exemplo, diretamente no perfil do solo) podem diferir significativamente dos resultados obtidos usando amostras de solo perturbadas em condições de laboratório pois algumas variáveis influenciam os resultados como a área digitalizada e profundidade de

penetração dos raios X (RIBEIRO et al., 2017). A heterogeneidade das amostras quanto aos teores, tamanho e textura das partículas, e a presença de ar e água também podem ser fatores limitantes (MELQUIADES et al, 2011).

Os métodos de análises químicas laboratoriais mais utilizados atualmente para se identificar a presença e os teores dos nutrientes no solo e nas folhas demandam de tempo e mão de obra especializada para serem realizados, podendo haver interferências analíticas espectrais dependendo do nutriente analisado, além de serem destrutivos das amostras e onerosos devido ao uso de soluções extratoras. Diante do exposto, objetivou-se com este estudo comparar métodos de análise química de solo e folhas de café Conilon obtidos por espectrometria de fluorescência de raios X e por análise de rotina por via úmida.

## **Material e Métodos**

### **Amostragens**

Utilizou-se para análise por pXRF as duplicatas provenientes de amostras de solo e folhas citados no material e métodos do capítulo 1. As amostras de solo com estrutura deformada para análise de fertilidade foram retiradas na projeção da copa das plantas, coletadas através de uma sonda na profundidade de 0-0,20 m, de forma composta de pelo menos 15 amostras simples em área de 1 ha, caminhando-se em zigue-zague pelo talhão, totalizando 49 lavouras.

A amostragem de folhas foi realizada em 19 lavouras, nos talhões correspondentes às amostragens de solo e conforme a recomendação para análises foliares (MALAVOLTA et al., 1997). Retirou-se quatro folhas com pecíolo por planta do terceiro ou quarto par de folhas dos ramos produtivos, situados à meia altura da planta e ao redor da mesma, totalizando-se 80 folhas por talhão.

### **Preparo das amostras e análises laboratoriais**

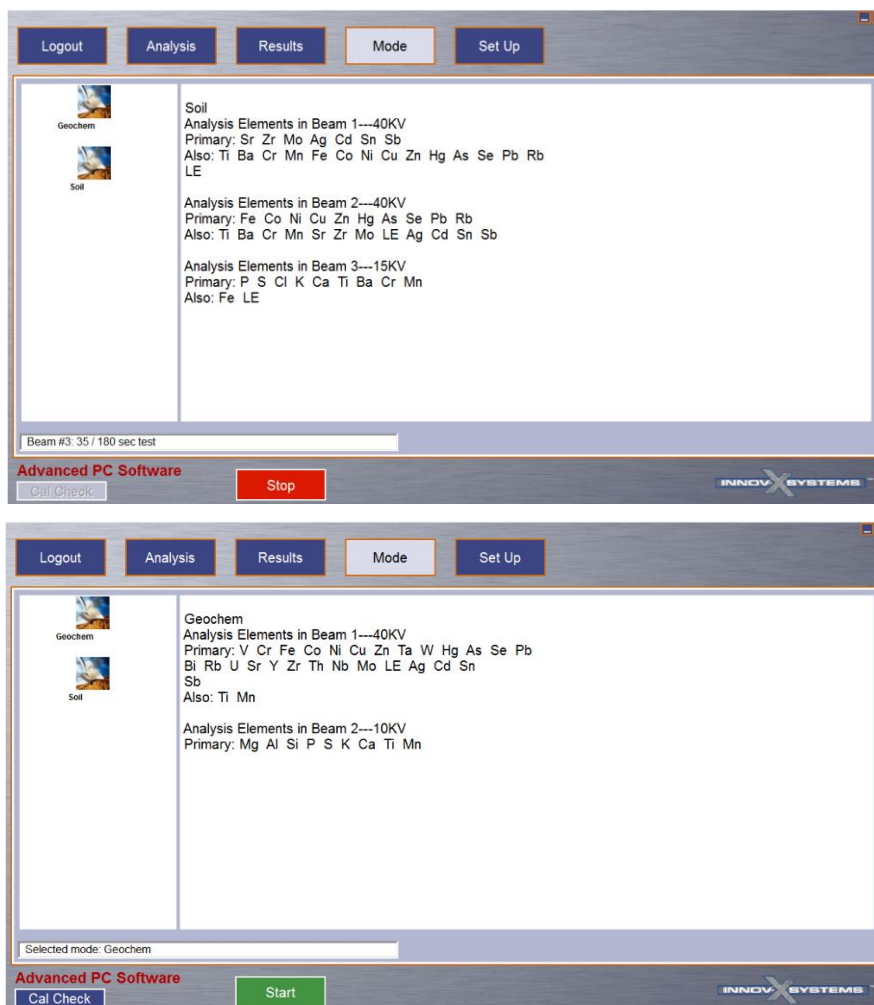
As amostras de solo foram destorroadas e submetidas à secagem em estufa de circulação forçada de ar, na temperatura de 50°C até peso constante. Em seguida, as mesmas foram maceradas e peneiradas em peneira granulométrica com malha de

0,50 mm, com descarte do material retido. As folhas recém colhidas também foram submetidas à secagem em estufa de circulação forçada de ar, na temperatura de 65 °C até peso constante, depois foram moídas em moinho tipo Willye. As amostras de solo e folhas foram identificadas, colocadas em pequenas tampas de tubo Falcon (15 mL) e levemente prensadas para posterior leitura.

Utilizou-se o aparelho portátil Innov-X DP-6000 Delta Premium Handheld XRF Analyzer (Olympus, EUA) (Figura 1), conectado ao computador através do Software “Innov-X Delta Advanced PC”. Este equipamento possui métodos de calibração vindos de fábrica denominados “Soil” e “Geochem” que atuam de forma independente e fazem a leitura de vários elementos (Figura 2). Escaneou-se as amostras por 180 s, em triplicata, com pequena variação da área avaliada por meio da movimentação das mesmas. As amostras de solo foram analisadas no modo “Soil” e de folhas foram analisadas pelos dois modos, “Soil” e “Geochem”, cujas leituras são feitas em partes por milhão (ppm) e porcentagem (%) respectivamente. As análises foram realizadas na Embrapa Solos, Rio de Janeiro-RJ.



**FIGURA 1.** Aparelho portátil Innov-X DP-6000 Delta Premium Handheld XRF Analyzer (Olympus, EUA) para análise por espectrometria de fluorescência de raios X.



**FIGURA 2.** Interface do software “Innov-X Delta Advanced PC” e elementos reconhecidos pelos algoritmos “Soil” e “Geochem”.

## Análise dos dados

A análise estatística descritiva dos dados foi feita no programa Excel, calculando-se a média, desvio padrão, coeficiente de variação, mínimo e máximo dos nutrientes do solo e das folhas obtidos pelo pXRF e por análise de rotina. Para nível de comparação entre os valores do solo encontrados pelo pXRF, utilizou-se a amostra de solo certificada (SRM 2711a Montana II Soil) do Instituto Nacional de Padrões e Tecnologias - NIST, do inglês *National Institute of Standards e Technology*, que apresentam teores dos nutrientes certificados (MACKEY et al., 2010).

Obteve-se a relação entre os dois métodos de análise de folhas pela divisão das médias obtidas por via úmida e por pXRF. Relacionou-se os nutrientes das folhas do cafeeiro obtidos pelos dois métodos de análise por correlação linear de Pearson. O teste t de Student foi utilizado para comparação entre os métodos a 5% de

probabilidade. As correlações o teste t foram feitas no programa R (R CORE TEAM, 2018).

## Resultados e Discussão

### Análise de solo por fluorescência de raios X

Os nutrientes passíveis à leitura foram o potássio (K), cálcio (Ca), cobre (Cu), ferro (Fe), manganês (Mn) e zinco (Zn) cujos valores encontrados foram subestimados no algoritmo quando comparados aos valores certificados, todos apresentando baixas taxas de recuperação. (Tabela 1). Nogueira et al. (2018) encontraram teores subestimados de estrôncio (Sr) e bário (Ba) em análise de solo por pXRF no método de calibração “Soil” em relação às amostras certificadas e os teores de titânio (Ti) foram superestimados (NOGUEIRA et al, 2017). Em pesquisa semelhante, Teixeira et al. (2017) também encontraram valores subestimados para o Fe e Mn.

**TABELA 1.** Estatística descritiva dos nutrientes do solo obtidos por espectrometria de fluorescência de raios X (pXRF) no método de calibração “Soil”, valores de amostra de solo certificados (NIST SRM 2711a) e taxa de recuperação.

Nutrientes	Média	Desvio padrão	CV (%)	Mín.	Máx.	Valor certificado	TR (%)
K (mg kg <sup>-1</sup> )	527,5	273,1	51,8	58	1329	25300	2,1
Ca (mg kg <sup>-1</sup> )	1249,3	950,4	0,8	112	4738,7	24200	5,2
Cu (mg kg <sup>-1</sup> )	17,2	10,3	59,6	6,1	51,1	140	12,3
Fe (mg kg <sup>-1</sup> )	12530,6	6074,8	48,5	2900,3	24760,7	28200	44,4
Mn (mg kg <sup>-1</sup> )	120,5	134,8	112	11,8	636	675	17,9
Zn (mg kg <sup>-1</sup> )	41,8	21,6	51,7	14,2	97,2	414	10,1

CV (coeficiente de variação), Mín. (mínima), Máx. (máxima), TR (taxa de recuperação).

### Análise de folhas por via úmida e por fluorescência de raios X

Os nutrientes passíveis à leitura foram o fósforo (P), K, Ca, Fe, Mn e Zn cujos teores encontrados foram superestimados nos dois algoritmos quando comparados com a análise de rotina (Tabela 2). Sanches et al. (2015), em estudo com folhas da planta ornamental *Nerium oleander* L, utilizando pXRF, detectaram e quantificaram a

concentração de 13 elementos (S, Cl, K, Ca, Mn, Fe, Cu, Zn, Br, Rb, Sr, Ba e Pb) e todos eles apresentaram teores superiores aos encontrados nas amostras controle.

A leitura do P foi completa somente no modo “Geochem”, cujo valor foi alto em relação à análise de rotina ( $960 \text{ mg kg}^{-1}$  e  $1677,2 \text{ mg kg}^{-1}$ ). O Ca por via úmida obteve a média de  $15,5 \text{ mg kg}^{-1}$ , por pXRF modo “Soil”, a média foi de  $26484 \text{ mg kg}^{-1}$  e no “Geochem”,  $38105,3 \text{ mg kg}^{-1}$ . O Mn, por via úmida obteve-se a média de  $77,56 \text{ mg kg}^{-1}$ , no modo “Soil” a média foi de  $147,3 \text{ mg kg}^{-1}$  e no “Geochem”,  $148 \text{ mg kg}^{-1}$ , podendo-se observar uma semelhança entre as médias dos dois algoritmos. O Zn também apresentou médias próximas,  $22,6 \text{ mg kg}^{-1}$  “Soil” e  $28,6 \text{ mg kg}^{-1}$  “Geochem”, já os outros elementos, nem tanto.

Teixeira et al. (2017), ao comparar os teores totais de Fe e Mn em amostras de solo certificadas com os algoritmos “Soil” e “Geochem”, concluíram que há diferença entre os teores de Fe e Mn, onde os teores de Fe foram superestimados no modo “Geochem”, e no modo “Soil” houve uma subestimativa. Para os teores de Mn, as estimativas foram mais precisas, com ambos os modos subestimando os valores certificados. Nogueira et al. (2017) e Nogueira et al. (2018) também encontraram diferenças entre os teores dos elementos estimados pelos dois algoritmos.

Em geral, as relações  $Vu/pXRF$  no modo “Soil” foram um pouco melhores, onde o Fe obteve maior relação, com valor de 70%, considerando-se que quanto mais próximo de 100%, maior a semelhança entre os métodos. No algoritmo “Geochem”, o K e o Ca apresentaram relação  $Vu/pXRF$  muito baixa sendo 6% e 0,04% respectivamente.

A área digitalizada e profundidade de penetração dos raios X podem ter sido fatores determinantes na variação da acurácia dos resultados, normalmente, a área varrida por pXRF é de cerca de  $1 \text{ cm}^2$  e a penetração de 2 a 5 mm, assim, a heterogeneidade (por exemplo, distribuição do tamanho de partículas) afetará os resultados (RIBEIRO et al., 2017). Os coeficientes de variação e desvios padrões foram ambos altos nos dois métodos de calibração, indicando grande variação em relação à média e baixa precisão, podendo ser comprovado pelos valores de máxima e mínima. A semelhança ou heterogeneidade dos valores apresentados pelos dois nos mostra a importância de se estudar os elementos de forma individual, gerando calibrações específicas para amostras de folhas.

**TABELA 2.** Estatística descritiva dos nutrientes em folhas de café Conilon obtidos por espectrometria de fluorescência de raios X (pXRF) nos modos “Soil”, “Geochem”, por análise química de rotina (via úmida - Vu) e a relação entre os métodos.

Folhas modo "Soil"						
Nutrientes	Média	Desvio padrão	CV (%)	Mín.	Máx.	Vu/pXRF (%)
K (mg kg <sup>-1</sup> )	21405	4225,4	19,7	15225,6	27747,3	62
Ca (mg kg <sup>-1</sup> )	26484	5208,7	0,2	15448,3	37890	58
Fe (mg kg <sup>-1</sup> )	88,7	88,3	99,6	40,7	440,7	70
Mn (mg kg <sup>-1</sup> )	147,3	85,0	57,7	66	353	50
Zn (mg kg <sup>-1</sup> )	22,6	14,6	64,7	4,7	64,2	40
Folhas modo "Geochem"						
P (mg kg <sup>-1</sup> )	1677,2	332,6	19,8	1129	2275,7	60
K (mg kg <sup>-1</sup> )	231403	39915	17,2	160850	307170	5
Ca (mg kg <sup>-1</sup> )	38105,3	36451,6	95	16600	184200	40
Fe (mg kg <sup>-1</sup> )	190,5	182,3	95,7	83	921	32
Mn (mg kg <sup>-1</sup> )	148	123,5	83,5	39,3	439,7	60
Zn (mg kg <sup>-1</sup> )	28,6	17,6	61,5	7,7	71,7	30
Folhas "via úmida"						
P (mg kg <sup>-1</sup> )	960	0,1	13,2	727	118	
K (mg kg <sup>-1</sup> )	13196,8	2426,7	18,4	9410	17880	
Ca (mg kg <sup>-1</sup> )	15507,7	2573,2	17	9636	20450	
Fe (mg kg <sup>-1</sup> )	60,8	58,5	96,3	29,7	290	
Mn (mg kg <sup>-1</sup> )	77,6	53,7	69,2	27,2	204	
Zn (mg kg <sup>-1</sup> )	6,8	5,2	75,1	4,1	26	

CV (coeficiente de variação), Mín. (mínima), Máx. (máxima). Via úmida: correspondente às análises químicas laboratoriais de rotina, que atualmente são utilizadas.

**Tabela 3.** Comparação entre os métodos de análise “Soil” e “Geochem” com a análise convencional, por teste t de Student.

Nutriente	Via úmida (mg/Kg)	Método (mg/Kg)	Valor p*	Valor p*
<b>P</b>	960	1677,2 <sup>G</sup>	0,00000000746	<0,05
<b>K</b>	13196,8	21405 <sup>S</sup>	0,00000004612	<0,05
		231403 <sup>G</sup>	0,000000000000004001	<0,05
<b>Ca</b>	15507,7	26484 <sup>S</sup>	0,000000009388	<0,05
		38105,3 <sup>G</sup>	0,001361	<0,05
<b>Fe</b>	60,8	88,7 <sup>S</sup>	0,00167	<0,05
		190,5 <sup>G</sup>	0,007414	<0,05
<b>Mn</b>	77,6	147,3 <sup>S</sup>	0,005065	<0,05
		148 <sup>G</sup>	0,03176	<0,05
<b>Zn</b>	6,8	22,6 <sup>S</sup>	0,0002211	<0,05
		28,6 <sup>G</sup>	0,00004163	<0,05

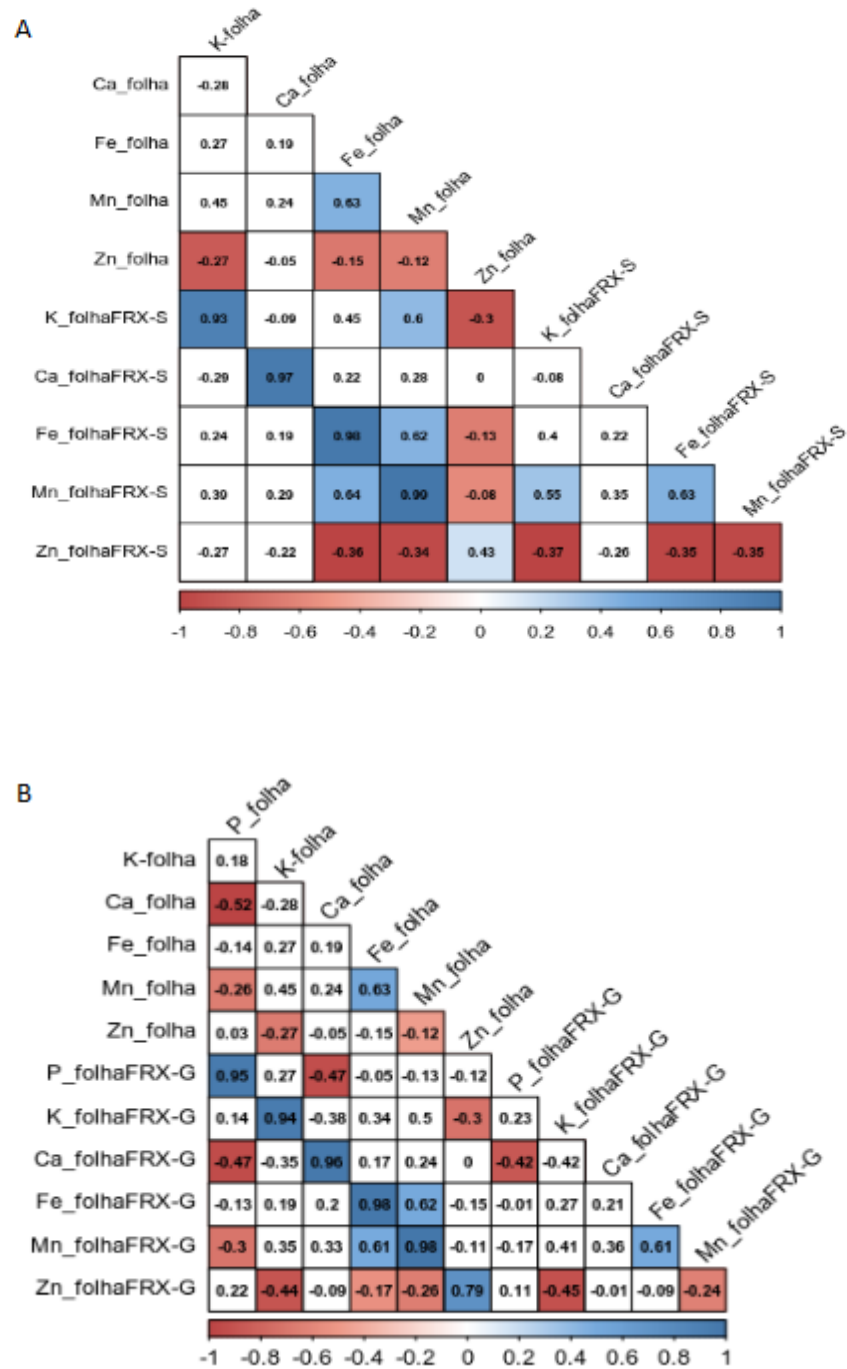
\*Valores de p maior de 0,05 não diferem pelo teste t de Student. <sup>S</sup>Método “Soil”; <sup>G</sup>Método “Geochem”.

Todos os nutrientes apresentam diferença estatística entre os métodos analisados (Tabela 3), pois a matriz da planta (C, H, O) é muito distinta da matriz do solo (O, Si, Al, Fe) e os métodos de calibração utilizados foram feitos para análise de solo ou material geológico.

A Figura 2 apresenta os coeficientes de correlação linear de Pearson entre o teor do nutriente encontrado nas folhas por via úmida e seu correspondente por espectrometria de fluorescência de raios X nos modos “Soil” e “Geochem”. Observa-se correlação positiva entre os elementos analisados por via úmida e seus correspondentes nos dois métodos de calibração, como por exemplo, o K analisado por via úmida correlacionou-se de forma positiva com o K analisado por fluorescência de raios X.

O nutriente que apresentou menor coeficiente de correlação foi o Zn em ambos os métodos de calibração, com coeficiente de 0,43 no modo “Soil” e 0,79 no modo “Geochem”. Quanto aos demais nutrientes, os coeficientes de correlação foram altos, todos acima de 0,9, indicando haver um erro sistemático que poderá ser corrigido ao se utilizar método de calibração adequado para tecido vegetal. Campos et al. (2015) encontraram coeficiente de correlação linear maior que 0,98 entre análises de P obtidos por fluorescência de raios X e sua testemunha em folhas de *Pityrogramma calomelanos*. GUERRA et al. (2018), na análise *in situ* de folhas frescas de cana-de-açúcar para o diagnóstico nutricional de plantas em tempo real, encontrou coeficientes de correlação de 0,98 para o Ca. Para milho, algodão e soja, foram observadas correlações lineares significativas entre os dados de frações de massa obtidos por análise padrão e as medidas de pXRF para Ca, Co, Cr, Fe, K, Mn, Ni, P, S, Si e Zn (GUERRA et al., 2018).





**FIGURA 2.** Coeficientes de correlação linear de Pearson entre os teores de nutrientes encontrados nas folhas por via úmida e por espectrometria de fluorescência de raios X nos modos “Soil” (A) e “Geochem” (B). Valores dentro dos quadrados representam os coeficientes de correlação (-1 a 1) entre duas variáveis. Vermelho significa correlação negativa e azul positiva. Quadrados que estão em branco indicam que a correlação não foi significativa (5% -  $p > 0.05$  – Pearson’s test). Quando os quadrados apresentam cor (vermelha ou azul) significa que a correlação foi significativa.

## Conclusão

Os valores dos nutrientes do solo encontrados na análise por pXRF foram subestimados quando comparados aos valores certificados, todos apresentando baixas taxas de recuperação. Na análise de folhas, os métodos de calibração apresentam valores superestimados em relação aos valores obtidos pela análise química de rotina, a menor diferença foi para o K no método “Soil” e maior para o P no “Geochem”, onde o modo “Soil” apresenta valores mais próximos ao método tradicional.

Há diferença estatística entre o método de análise de folhas convencional e os métodos por fluorescência de raios X pelo teste t a 5% de probabilidade e as correlações entre os teores dos nutrientes nos métodos utilizados são significativas, indicando o potencial de uso da ferramenta.

A semelhança ou heterogeneidade dos valores apresentados pelos dois métodos originais de fábrica do pXRF nos mostra que eles não são adequados para esses tipos de análises e que há a necessidade da implementação de métodos específicas para amostras de solo e folhas, com vistas à elaboração de classes para a fluorescência nas tabelas de recomendação.

## Referências Bibliográficas

CAMPOS, N. V.; GUERRA, M. B.; MELLO, J. W.; ALVEZ, E. E. N. Accumulation and spatial distribution of arsenic and phosphorus in the fern *Pityrogramma calomelanos* evaluated by micro X-ray fluorescence spectrometry. **J. Anal. At. Spectrom.**, v. 30, p. 2375–2383, 2015.

GUERRA, M. B.; ADAME, A.; ALMEIDA, E.; KRUG, F. J. In situ Determination of K, Ca, S and Si in Fresh Sugar Cane Leaves by Handheld Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometry. **J. Braz. Chem. Soc.** v. 29, n. 5, 2018.

MACKEY, E. A. et al. Certification of Three NIST Renewal Soil Standard Reference Materials for Element Content: SRM 2709a San Joaquin Soil, SRM 2710a Montana Soil I, and SRM 2711a Montana Soil II. **National Institute of Standards and Technology Special Publication**, 2010. 39 p.

MALAVOLTA, E.; VITTI, G. C.; OLIVEIRA, S. A. **Avaliação do estado nutricional das plantas: princípios e aplicações**. 2. ed. Piracicaba: Potafos, 1997. 319 p.

MELQUIADES, F. L.; BASTOS, R. O.; BIASI, G. E.; PARREIRA, P. S.; APPOLONI, C. R. Granulometry and moisture influence for in situ soil analysis by portable EDXRF. **V. R. Vanin (Ed.)**, AIP Conference Proceedings, n. 1351(1), p. 317-320, 2011.

NOGUEIRA, J. N.; TEIXEIRA, W. G.; VASQUES, G. M. Uso de espectrômetro de fluorescência de raios X portátil (pXRF) para avaliação de teores de bário (Ba) e estrôncio (Sr) em amostras de solo. In: INÁCIO, C. T.; CAPECHE, C. L.; MATTOS, J. S.; CARVALHO, L. (Orgs.). **Seminário PIBIC Embrapa Solos 2017/2018**. Documentos 194. Embrapa Solos, RJ, 2018, p. 62-66.

NOGUEIRA, J. N.; TEIXEIRA, W. G.; VASQUES, G. M. Uso de espectrômetro de fluorescência de raios X portátil (pXRF) para avaliação de teores de titânio (Ti) em amostras de solo. In: INÁCIO, C. T.; CAPECHE, C. L.; MATTOS, J. S.; MARTINS, A. L. CARVALHO, L. (Orgs.). **Seminário PIBIC Embrapa Solos 2016/2017**. Documentos 192. Embrapa Solos, RJ, 2017, p. 32-35.

R CORE TEAM. **R: a language and environment for statistical computing**. Vienna: R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria (2018).

REIDINGER, S.; RAMSEY, M. H.; HARTLEY, S. E. Rapid and accurate analyses of silicon and phosphorus in plants using a portable X-ray fluorescence spectrometer. **New Phytol**, v.195, p. 699-706, 2012.

RIBEIRO, B. T.; SILVA, S. G.; GUIMARÃES, L. R. Portable X-ray fluorescence (pXRF) applications in tropical Soil Science. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 41, p. 245-254, 2017.

SANCHES, F. A.; SANTOS, R. S.; NEVES, A. O., ANJOS, M. J. **Aplicação da técnica de fluorescência de raios x na análise multielementar de folhas de *Nerium oleander* L.** Encontro de Engenharia, Ciência de Materiais e Inovação do Estado do Rio de Janeiro. Nova Friburgo, 2015. 5 p.

SANTOS, E.S.; GAMA, E.M.; FRANÇA, R.S.; MATOS, R.P. Espectrometria de fluorescência de raios-x na determinação de espécies químicas. **Enciclopédia biosfera**, v.9, n.17; p. 3413-3432, 2013.

TEIXEIRA, W. G.; VASQUES, G. M.; NOGUEIRA, J. **Uso de espectrômetro de fluorescência de raios x portátil (pxrf) para avaliação de teores de ferro e manganês em amostras de solo**. XVI Congresso Brasileiro de Geociência, Búzios, RJ, 2017.

#### **4. CONCLUSÕES GERAIS**

Quanto aos atributos físicos do solo, a maioria das lavouras apresenta densidade de  $1,43 \text{ g cm}^{-3}$  e textura franco-argiloarenosa. Quanto às análises químicas de rotina, os valores de MO, K, Ca, Mg, Fe, Al e (H+Al) foram classificados com baixos níveis no solo, o P em excesso e os demais atributos em níveis médios. Nas análises foliares os teores de N, P, K, Mg, Cu, Fe e Zn foram classificados como níveis baixos nas plantas, o Ca apresenta altos teores, apenas o teor de Mn está em nível adequado. Não há tendência de aumento dos teores dos nutrientes nas folhas com o aumento dos mesmos no solo, indicando que não há uma relação direta.

Quanto às análises por espectrometria de fluorescência de raios X, os valores dos nutrientes do solo encontrados na análise por pXRF foram subestimados quando comparados aos valores certificados, todos apresentando baixas taxas de recuperação. Na análise de folhas, os métodos de calibração apresentam valores superestimados em relação aos valores obtidos pela análise química de rotina, a menor diferença foi para o K no método "Soil" e maior para o P no "Geochem", onde o modo "Soil" apresenta valores mais próximos ao método tradicional. Há diferença estatística entre o método de análise de folhas convencional e os métodos por fluorescência de raios X pelo teste t a 5% de probabilidade e as correlações entre os teores dos nutrientes nos métodos utilizados são significativas, indicando o potencial de uso da ferramenta.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ARAÚJO, Q. R. **Solos de tabuleiros costeiros e qualidade de vida das populações**. Ilhéus: Editus, p. 97, 2000.
- BIGARELLA, J. J. The Barreiras Group in Northeastern Brazil. *Anais da Academia Brasileira de Ciências*, v. 47, p. 365-393, 1975.
- BRAGANÇA, S. M. **Crescimento e acúmulo de nutrientes pelo cafeeiro Conilon (*Coffea canéfora* Pierre)**. 2005. 99 f. Tese (Doutorado em Fitotecnia) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, Minas Gerais, 2005.
- BRAGANÇA, S. M.; MARTINEZ, H. E. P.; LEITE, H. G.; SANTOS, L. P.; SEDIYAMA, C. S.; LANI, J. A. Accumulation of macronutrients for the Conilon coffee tree. *Journal of Plant Nutrition*, v. 31, p. 103-120, 2007.
- BUNN, C.; LADERACH, P.; RIVERA, O. O.; KIRSCHKE, D. A bitter cup: climate change profile of global production of Arabica and Robusta coffee. *Climatic Change*, v. 129, p. 89-101, 2015.
- CAVALCANTI, A. C.; OLIVEIRA, M. G., COVRE, A. M.; GONTIJO, I.; PARTELLI, F. L. Primeira aproximação para solo cultivado com cafeeiro Conilon na região atlântica da Bahia. *Coffee Science*, v. 12, n. 3, p. 316-325, 2017.
- COELHO, A. L. N; GOULART, A. C. O.; BERGAMASCHI, R. B; TEUBNER JUNIOR, F. J. **Mapeamento geomorfológico do estado do Espírito Santo**. Vitória, ES, 19 p. (Nota Técnica, 28). 2012.
- Companhia nacional de abastecimento - CONAB. **Acompanhamento da safra brasileira de café**, v. 4, safra 2018, quarto levantamento, Brasília, p. 1-84, dez. 2018. Disponível em: <<https://www.conab.gov.br/index.php/info-agro/safras/café>> Acesso em: 08/02/2019.
- CORRÊA, M. M.; KER, J. C.; BARRÓN, V.; TORRENT, J.; TORRES, T. C. P. Caracterização física, química, mineralógica e micromorfológica de horizontes coesos e fragipãs de solos vermelhos e amarelos do ambiente tabuleiros costeiros. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v. 32, p. 297-313, 2008.
- COVRE, A. M.; PARTELLI, F. L. BONOMO, R.; COCHICHO, J. Impacts of water availability on macronutrients in fruit and leaves of Conilon coffee. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, v. 53, n. 9, p. 1025-1037, 2018.

COVRE, A. M.; PARTELLI, F. L. Parcelamento da adubação para o café Conilon cultivado na Bahia. In: PARTELLI, F.L.; BONOMO, R. (Orgs.). **Café Conilon: o clima e o manejo da planta**. Alegre: CAUFES, p. 125-132, 2016.

CPRM. **Geologia e Recursos Minerais do Estado do Espírito Santo: texto explicativo do mapa geológico e de recursos minerais**. Valter Salino Vieira, Ricardo Gallart de Menezes (Orgs.). Belo Horizonte: CPRM, 289 p. 2015.

DAVIS, A. P.; TOSH, J.; RUCH, N.; FAY, M. F. Growing coffee: *Psilanthus* (Rubiaceae) subsumed on the basis of molecular and morphological data; implications for the size, morphology, distribution and evolutionary history of *Coffea*. **Botanical Journal of the Linnean Society**, v.167, p.357-377, 2011.

DIAS, C. B.; ROCHA, G. C.; ASSIS, I. R.; FERNANDES, R. B. Intervalo hídrico ótimo e densidade crítica de um Latossolo Amarelo coeso sob diferentes usos no ecossistema Tabuleiro Costeiro. **Revista Ceres**, v. 63, n. 6, p. 868-878, 2016.

FERRÃO, R. G. et al. **Café conilon**. 2 ed. atualizada e ampliada. Vitória, ES: Incaper, 2017. 702 p.

FERRÃO, R. G. et al. **Café conilon: técnicas de produção com variedades melhoradas**. 4. ed. revisada e ampliada. Vitória, ES: Incaper, (Incaper: Circular Técnica, 03), 2012. 74 p.

FERRETTI, M. Princípios e aplicações de espectroscopia de fluorescência de raios-X (FRX) com instrumentação portátil para estudo de bens culturais. **Revista CPC**, n. 7, p. 74-98, 2009.

FONTANA, A. ANJOS, L. H. C.; PEREIRA, M. G. Os Tabuleiros Costeiros do Estado do Espírito Santo: ocorrência e componentes ambientais. In: ROLIM, S. G.; MENEZES, L. F. T.; SRBEK-ARAUJO, A. C. (Orgs.). **Floresta Atlântica de Tabuleiro: diversidade e endemismos na Reserva Natural Vale**. Belo Horizonte: Rupestre, 2016. cap. 2, p. 31-43.

GUERRA, M. B.; ADAME, A.; ALMEIDA, E.; KRUG, F. J. In situ Determination of K, Ca, S and Si in Fresh Sugar Cane Leaves by Handheld Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometry. **Journal Brazilian Chemical Society**, v. 29, n. 5, 2018.

LIMA, J. A.; RIBEIRO, M. R.; CORRÊA, M. M.; ARAÚJO FILHO; J. C.; LIMA; W. F. Atributos químicos, mineralógicos e micromorfológicos de horizontes coesos de latossolos e argissolos dos tabuleiros costeiros do estado de Alagoas. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 34, p. 473- 486, 2010.

MABESOONE, J. M.; CAMPOS, E.; SILVA, A.; BEURLIN, K. Estratigrafia e origem do Grupo Barreiras em Pernambuco, Paraíba e Rio Grande do Norte. **Revista Brasileira de Geociências**, v. 2, p. 173-190, 1972.

MARUYAMA, Y. et al. Laboratory experiments of particle size effect in X-ray fluorescence and implications to remote X-ray spectrometry of lunar regolith surface. **Earth Planet Space**, v. 60, p. 293-297, 2008.

MELQUIADES, F. L.; BASTOS, R. O.; BIASI, G. E.; PARREIRA, P. S.; APPOLONI, C. R. Granulometry and moisture influence for in situ soil analysis by portable EDXRF. **V. R. Vanin (Ed.)**, AIP Conference Proceedings, n. 1351(1), p. 317-320, 2011.

MOREAU, A. M. S.; KER, J. C.; COSTA, L. M.; GOMES, F. H. Caracterização de solos de duas toposseqüências em Tabuleiros Costeiros do sul da Bahia. **Revista Brasileira de Ciências do Solo**, v. 30, p.1007-1019, 2006.

OLIVEIRA, A. P. P.; LIMA, E.; ANJOS, L. H. ZONTA, E.; PEREIRA, M. G. Sistemas de colheita da cana-de-açúcar: Conhecimento atual sobre modificações em atributos de solos de Tabuleiro. **Rev. bras. eng. agríc. ambient.**, v. 18, n. 9, p. 939-947, 2014.  
PARTELLI, F. L.; ESPINDULA, M. C.; MARRÉ, W. B.; VIEIRA, H. D. Dry matter and macronutrient accumulation in fruits of Conilon coffee with different ripening cycles. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 38, n. 1, p. 214-222, 2014.

PARTELLI, F. L.; GOMES, W. R.; OLIVEIRA, M. G.; ESPINDULA, M. C. Normas foliares e diagnóstico nutricional do cafeeiro Conilon na pré-florada e granação, no Espírito Santo. **Coffee Science**, v. 11, n. 4, p. 544-554, 2016.

PREZOTTI, L. C.; GOMES, J. A.; DADALTO, G. G.; OLIVEIRA, J. A. **Manual de recomendação de calagem e adubação para o estado do Espírito Santo: 5ª aproximação**. Vitória: SEEA\INCAPER\CEDAGRO, 2007. 305 p.

PREZOTTI, L.C.; BRAGANÇA, S.M. Acúmulo de massa seca, N, P e K em diferentes materiais genéticos de café Conilon. **Coffee Science**, v. 8, n. 3, p. 284-294, 2013.

REIDINGER, S.; RAMSEY, M. H.; HARTLEY, S. E. Rapid and accurate analyses of silicon and phosphorus in plants using a portable X-ray fluorescence spectrometer. **New Phytol**, v.195, p. 699-706, 2012.

RIBEIRO, B. T.; SILVA, S. G.; GUIMARÃES, L. R. Portable X-ray fluorescence (pXRF) applications in tropical Soil Science. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 41, p. 245-254, 2017.

ROUILLON, M.; TAYLOR, M. P. Can field portable X-ray fluorescence (pXRF) produce high quality data for application in environmental contamination research? **Environmental Pollution**, v. 214, p. 255-264, 2016.

SANTANA, M. B.; SOUZA, L. S.; SOUZA, L. D.; FONTES, L. E. F. Atributos físicos do solo e distribuição do sistema radicular de citros como indicadores de horizontes coesos em dois solos de Tabuleiros Costeiros do estado da Bahia. **Revista Brasileira de Ciências do Solo**, v. 30, p. 1-12, 2006.

SANTOS, E. O. J.; GONTIJO, I.; SILVA, M. B.; DRUMOND, A. P. Variabilidade espacial de macronutrientes em uma lavoura de café Conilon no Norte do Espírito Santo. **Revista Ciência Agronômica**, v. 46, n. 3, p. 469-476, 2015.

SANTOS, H. G.; JACOMINE, P. K. T.; ANJOS, L. H. C.; OLIVEIRA, V. A.; ALMEIDA, J.A.; CUNHA, T. J. F.; OLIVEIRA, J. B. **Sistema brasileiro de classificação de solos**. 3ª ed. Revisada e ampliada. Brasília, DF: Embrapa, 2013. 353 p.

SANTOS, R. D. et al. **Levantamento Expedito dos Solos das Reservas Florestais de Linhares e Sooretama no Estado do Espírito Santo**. Centro Nacional de Pesquisa de Solos, Rio de Janeiro: EMBRAPA, 2004. 66 p. (Boletim de Pesquisa, n. 49).

SANTOS, R. D. et al. **Levantamento generalizado e semidetalhado de solos da Aracruz Celulose S.A. no Estado do Espírito Santo e no extremo sul do Estado da Bahia e sua aplicação aos plantios de eucalipto**. Centro Nacional de Pesquisa de Solos, Rio de Janeiro: EMBRAPA, 2000. 111 p. (Boletim de Pesquisa, n.1).

SILVA, S. H. G.; SILVA, E. A.; POGGERE, G. C.; CURI, N. Tropical soils characterization at low cost and time using portable X-ray fluorescence spectrometer (pXRF): effects of different sample preparation methods. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 42, n.1, p. 80-92, 2018.

SILVA, S. H. G.; TEIXEIRA, A. F. S.; MENEZES, M. D.; GUILHERME, L. R. G.; MOREIRA, F. S.; CURI, N. Multiple linear regression and random forest to predict and map soil properties using data from portable X-ray fluorescence spectrometer (pXRF). **Ciência e Agrotecnologia**, v. 41, n. 6, p. 648-664, 2017.

STOCKMANN, U. et al. Utilizing portable X-ray fluorescence spectrometry for in-field investigation of pedogenesis. **Catena**, v. 139, p. 220-231, 2016.

VALADARES, S. V. et al. Produtividade e bienalidade da produção de cafezais adensados, sob diferentes doses de N e K. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 48, n. 3, p. 296-303, 2013.



WEINDORF, D. C. et al. Enhanced pedon horizonation using portable X-ray fluorescence spectrometry. **Soil Science Society of America Journal**, v. 76, n. 2, p. 522, 2012.

WEINDORF, D. C. et al. Lithologic discontinuity assessment in soils via portable X-ray fluorescence spectrometry and visible near-infrared diffuse reflectance spectroscopy. **Soil Science Society of America Journal**, v. 79, n. 6, p. 1704-1716, 2015.

WEINDORF, D. C.; BAKR, N.; ZHU, Y. Advances in portable X-ray fluorescence (PXRF) for environmental, pedological, and agronomic applications. **Advances in Agronomy**, v. 128, n. 1, p. 45, 2014.